

CETESB	<b>ANIMAIS AQUÁTICOS - DETERMINAÇÃO DE METAIS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA - MÉTODO DA INCINERAÇÃO - EXTRAÇÃO ÁCIDA</b>  Método de ensaio	L5.540  MAIO/94
--------	---	-----------------------

## SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Documento complementar
- 3 Aparelhagem
- 4 Reagentes
- 5 Execução do ensaio
- 6 Resultados
- 7 ANEXO - Referências bibliográficas

### 1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação de manganês, ferro, zinco, níquel, cádmio, chumbo e cobre em animais aquáticos.

### 2 DOCUMENTO COMPLEMENTAR

Na execução deste método é necessário consultar:

- Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água, CETESB, 1988.

### 3 APARELHAGEM

- 3.1 Balões volumétricos, diversos volumes.
- 3.2 Pipetas volumétricas, diversos volumes.
- 3.3 Béqueres de 100 mL.
- 3.4 Almofariz de ágata.
- 3.5 Banho-maria.
- 3.6 Estufa.
- 3.7 Balança analítica com precisão de  $\pm 0,1$  mg.
- 3.8 Chapa de aquecimento.
- 3.9 Espectrofotômetro de absorção atômica e fontes de energia radiante dos elementos a serem analisados.

### 4 REAGENTES

Todos os reagentes devem ser p.a.

- 4.1 Ácido nítrico concentrado,  $\text{HNO}_3$ , com baixo teor de metais.

4.2 Ácido clorídrico concentrado, HCl, com baixo teor de metais.

4.3 Etanol, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, 95%.

4.4 Solução alcoólica de nitrato de magnésio.  
Dissolver 10,0 g de nitrato de magnésio, Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, em 100 mL de etanol (4.3).

4.5 Solução para extração.  
Adicionar 200 mL de ácido clorídrico (5.2) e 150 mL de ácido nítrico (4.1) em 650 mL de água destilada e desionizada.

4.6 Solução-estoque de cádmio (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,000 g de cádmio metálico em 100 mL de ácido clorídrico 1:1 e diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada.

4.7 Solução-estoque de chumbo (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,598 g de nitrato de chumbo em 200 mL de água destilada e desionizada. Adicionar 1,5 mL de ácido nítrico (4.1), e aferir o volume a 1 000 mL com água destilada e desionizada.

4.8 Solução-estoque de cobre (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,000 g de cobre metálico em 15 mL de ácido nítrico (1:1), e diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada.

4.9 Solução-estoque de zinco (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,000 g de zinco metálico em 20 mL de ácido clorídrico 1:1. Diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada.

4.10 Solução-estoque de ferro (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,000 g de ferro metálico em 50 mL de ácido nítrico 1:1. Diluir a 1 000 mL com água destilada e desionizada.

4.11 Solução-estoque de manganês (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,000 g de manganês metálico em 100 mL de ácido nítrico 1:1. Diluir a 1 000 mL com ácido clorídrico 1%.

4.12 Solução-estoque de níquel (1 000 mg/L).  
Dissolver 1,000 g de níquel metálico em 100 mL de ácido nítrico 1:1. Diluir a 1 000 mL com ácido nítrico 1%.

4.13 Solução-padrão de metais (Fe, Zn, Ni, Cd, Pb, Co, Cu).  
Em um balão volumétrico de 1 000 mL, adicionar 5,0 mL das soluções-estoque de cádmio (4.6), de cobre (4.8), de zinco (4.9), de manganês (4.11), de níquel (4.12), 25,0 mL de solução-estoque de ferro (4.10), 50 mL de solução-estoque de chumbo (4.7) e aferir o volume com água destilada e desionizada.

Nota: Esta solução contém:  
Zn, Ni, Cd, Mn (5,0 mg/L)  
Fe (25 mg/L)  
Pb (50 mg/L)

## 5 EXECUÇÃO DO ENSAIO

### 5.1 Princípio do método

A amostra é pré-calcinada até a carbonização. Em seguida é incinerada em temperatura controlada, até atingir a oxidação completa. O resíduo é solubilizado em solução ácida à quente. A amostra é vaporizada e

atomizada em condições específicas para cada metal e faixa de concentração. A quantidade de energia radiante emitida por uma lâmpada de cátodo oco ou de descarga sem eletrodo absorvida na chama é proporcional à concentração do elemento na amostra.

## 5.2 Tratamento preliminar da amostra

5.2.1 A amostra de animal aquático é macerada em almofariz de ágata até que se obtenha uma pasta homogênea.

5.2.2 Pesar em béquer de 80 mL, uma porção de 10 g da amostra, ou uma quantidade adequada.

5.2.3 Adicionar 10 mL de solução alcoólica de nitrato de magnésio (4.4).

5.2.4 Misturar a amostra com a solução alcoólica, para provocar um bom contato entre a solução e a amostra.

5.2.5 Levar a amostra ao banho-maria até evaporação total do álcool.

5.2.6 Levar a amostra em estufa a 140-150°C por 1 hora, para completa secagem.

5.2.7 Colocar o béquer com a amostra seca em chapa de aquecimento a uma temperatura de cerca de 200°C e aumentar gradualmente a temperatura, tomando cuidado para não ultrapassar 450°C, até que toda amostra esteja carbonizada.

**Nota:** A temperatura é aumentada gradualmente. De início deixa-se a amostra por uma hora a 200°C; posteriormente, por 1 hora a 250°C.

5.2.8 O béquer contendo a amostra já carbonizada é levada à mufla a 450°C permanecendo por 12 horas.

5.2.9 A amostra é retirada da mufla; após esfriar, adicionar algumas gotas de ácido nítrico (4.1), apenas para umedecê-la.

5.2.10 Secar em chapa de aquecimento a baixa temperatura (entre 150 e 200°C) retornando em seguida à mufla a 450°C por 1 hora.

**Nota:** O tratamento descrito nos itens de 5.1.8 a 5.1.10 deve ser repetido tantas vezes quanto for necessário, até que toda a matéria carbonizada tenha sido eliminada.

5.2.11 A amostra, livre de material carbonizado, é deixada para esfriar, e então, adiciona-se 10 mL de solução de extração (4.5), aquecendo-se para que ocorra a completa solubilização.

5.2.12 A amostra solubilizada é transferida quantitativamente para balão volumétrico de 25 mL, aferindo o volume com água destilada e desionizada.

## 5.3 Curva de calibração

Zn, Ni, Cd, Cu, Mn (mg/L)	Fe (mg/L)	Pb (mg/L)	mL de solução (4.13) a elevar a 25 mL com água destilada e desionizada
0,10	0,50	1,00	0,5
0,20	1,00	2,00	1,0
0,40	2,00	4,00	2,0
0,60	3,00	6,00	3,0
1,00	5,00	10,0	5,0

- Notas:
- Tratar cada uma destas soluções conforme os itens de 5.2.3 a 5.2.12, utilizando-se duas provas em branco.
  - Elaborar a curva de calibração descontando o valor de absorvância da prova em branco, em gráfico em papel milimetrado relacionando absorvância X mg/L do metal.
  - Opcionalmente pode-se fazer a regressão linear dos pares absorvância X mg/L do metal, e, com a equação obtida, elaborar uma tabela.

## 6 RESULTADOS

A concentração do metal é dada por:

$$C = \frac{A}{B} \times 1000$$

onde:

C = concentração do metal em  $\mu\text{g/g}$ .

A = concentração do metal em mg/L obtido por regressão linear ou por via gráfica.

B = massa da amostra convertida em g/L.

## ANEXO - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANALYTICAL METHODS FOR ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY -  
PERKIN ELMER. 1982.
- ANDERSON J. - At absorption newslett. 11. 88 - 1972.
- EVANS W.H. et alli - Analyst 103. 580 - 1978.
- FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. 1976.
- FRIEND M.T. et alli - At absorption newslett. 16. 46 - 1977.
- JULSHANMK. BRAEKKAN O.R. - At absorption newslett. 14.49 -  
1975.
- KIRK PATRICK D.C., COFFIN D.E. - J.SCI. Fed. Agric. 24-1595,  
1973.
-