



**Preparação de amostra de águas para análise de metais
totais e solúveis**

PN - LAPOC – 7009 Revisão: 02

15/MAIO/2014

COORDENAÇÃO DO LABORATÓRIO DE POÇOS DE CALDAS

◆ VÁLIDO SOMENTE NA WEB – IMPRESSÃO NÃO OFICIAL ◆

SUMÁRIO

- 1 - OBJETIVO
- 2 - CAMPO DE APLICAÇÃO
- 3 - REFERÊNCIAS
- 4 - DEFINIÇÕES
- 5 – DOCUMENTOS COMPLEMENTARES
- 6 – ROTINAS
 - 6.1 - REAGENTES
 - 6.2 - SOLUÇÕES
 - 6.3 - MATERIAIS
 - 6.4 - DESCONTAMINAÇÃO DOS RECIPIENTES PARA ANÁLISE
 - 6.5 - RECEBIMENTO E MANUSEIO DAS AMOSTRAS
 - 6.6 - PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA METAIS DISSOLVIDOS
 - 6.7 - DIGESTÃO PARA METAIS TOTAIS – LEITURA VIA ICP-OES
 - 6.8 - DIGESTÃO PARA METAIS TOTAIS – LEITURA VIA FORNO DE GRAFITE
 - 6.9 - CONTROLES DE QUALIDADE
- 7 - QUADRO DE EDIÇÃO
- 8 - ANEXOS

1 - OBJETIVO

Realizar a preparação de amostras de água para análise de metais totais e dissolvidos (Al, Cr, Fe, Ni, Cu, Mn, Zn, Pb) via ICP-OES ou Absorção Atômica com forno de grafite – GFAAS (Cu, Ni, Pb, Cd).

2 - CAMPO DE APLICAÇÃO

Laboratório Analítico.

3 - REFERÊNCIAS

3.1 - Standard Methods for Examination of Water and Wastewater – Método 3030E Nitric Acid Digestion, Método 3120B Inductively Coupled Plasma (ICP) e Método 3010B item 2 - Sampling and Sample Preservation – 22 ed, 2012.

4 – DEFINIÇÕES

4.1 – Metais Totais: É a concentração de metais determinados em uma amostra não filtrada depois de vigorosa digestão.

4.2 – Metais Dissolvidos: É a concentração de metais determinados em amostras não acidificadas que passam através de uma membrana de filtro de 0,45 µm.

5 – DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

5.1 – PN-LAPOC-5800 – Recebimento de Amostras, em sua revisão vigente

5.2 – PN-LAPOC-7014 - Leitura em ICP-OES para determinação de metais totais ou solúveis em águas, em sua revisão vigente

5.3 – PN-LAPOC-7015 - Leitura de amostras no Absorção Atômica – Forno de Grafite, em sua revisão vigente

5.4 – PN-LAPOC-7020 – Limpeza e descontaminação de materiais para análises químicas inorgânicas, em sua revisão vigente

5.5 – Formulário de anotação manual de preparação de amostra de água para análise de metais totais – ICP-OES (FT-LAPOC-7009-01) , em sua revisão vigente

5.6 – Formulário de anotação manual de preparação de amostra de água para análise de metais totais – GFAAS (FT-LAPOC-7009-02) , em sua revisão vigente

5.7 – Formulário de anotação manual de preparação de amostra de água para análise de metais dissolvidos (FT-LAPOC-7009-03) , em sua revisão vigente

5.8 – Preparação de solução Al, Cr, Fe, Ni, Mn, Zn, Pb 5 mg/L (FT-LAPOC-7009-04) , em sua revisão vigente

6 - ROTINAS

6.1 - REAGENTES

ácido nítrico concentrado

ácido nítrico concentrado destilado

ácido clorídrico concentrado

solução multi-elementar Al, Cr, Fe, Ni, Cu, Mn, Zn, Pb 100 mg/L em meio ácido nítrico

6.2 - SOLUÇÕES

6.2.1 - Ácido Nítrico destilado

É obtido por destilação de ácido nítrico concentrado comercial em destilador de quartzo de sub-ebulição.

6.2.2 - Ácido Nítrico 1:1

Obtido a partir da diluição de uma parte de ácido nítrico a 1 parte de água deionizada em volume, adicionando-se sempre o ácido á água.

6.2.2 - Ácido Clorídrico 1:1

Obtido a partir da diluição de uma parte de ácido clorídrico a 1 parte de água deionizada em volume, adicionando-se sempre o ácido á água.

6.2.3 – Solução de padrão de controle 1 mg/L em meio ácido nítrico

Adicionar cerca de 20 mL de água deionizada a um balão de 50 mL. Adicionar 0,5 mL de solução multi-elementar 100 mg/L, 2 mL de solução de ácido nítrico destilado 1:1. Avolumar e homogeneizar.

6.3 MATERIAIS

1 Balão Volumétricos de 50 mL/amostra

1 Tubos de Falcon descartável de 50 mL/ amostra

1 Vidro de relógio/amostra

1 Bastão de vidro/amostra

1 Béquer de Teflon de 400 mL /amostra

Micropipeta 1-5 mL

Pipeta Volumétrica de 20 mL/ amostra

Pipeta Volumétrica de 50 mL/ amostra

Pipeta Graduada 10 mL

Pipeta Graduada 20 mL

Chapa aquecedora

Ponteiras para micropipeta de 5 mL

Filtro de membrana com porosidade de 0,45 µm

Conjunto para filtração

Tubo Falcon descartável/amostra

6.4- DESCONTAMINAÇÃO DOS RECIPIENTES PARA ANÁLISE

6.4.1 Descontaminar os recipientes para análise conforme PN-LAPOC-7020 (Limpeza e descontaminação de materiais para análises químicas inorgânicas).

6.5 - RECEBIMENTO E MANUSEIO DAS AMOSTRAS

6.5.1 As condições de recebimento das amostras devem ser avaliadas em função da determinação de interesse de acordo com o Anexo I do PN-LAPOC-5800 – Recebimento de amostras.

6.6 - PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA METAIS DISSOLVIDOS

6.6.1 Homogeneizar a amostra.

6.6.2 Filtrar cerca de 1000 mL de amostra utilizando filtro de membrana com tamanho de poro 0,45 µm.

6.6.3 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado ao filtrado.

6.6.4 Homogeneizar.

NOTA 1: As etapas 6.6.1 a 6.6.4 não precisam ser realizadas no laboratório caso tenham sido previamente efetuadas em campo, conforme indicações na cadeia de custódia de amostras.

6.6.5 Pipetar 20 mL da amostra para um balão de 25 mL.

NOTA 2: Utilizar 20 mL de solução de padrão de controle multi-elementar 1 mg/L para preparar um padrão de controle.

6.6.6 Adicionar 1,00 mL de ácido nítrico destilado 1:1.

6.6.7 Completar o volume do balão com água deionizada e homogeneizar

6.6.8 Fazer a preparação dos padrões, a inicialização do instrumento e leitura das amostras conforme o procedimento itens PN-7014 – Leitura em ICP-OES para determinação de metais totais ou solúveis em águas ou conforme PN-LAPOC-7015 Leitura de amostras no Absorção Atômica – Forno de Grafite.

6.7 - DIGESTÃO PARA METAIS TOTAIS – LEITURA VIA ICP-OES

6.7.1 Homogeneizar a amostra.

6.7.2 Pipete 50,0 mL da amostra para um bquer de vidro de 400 mL

NOTA 3: Utilizar 50,0 mL de água deionizada no lugar da amostra para preparar um branco.

NOTA 4: Utilizar 50 mL de solução de padrão de controle multi-elementar 1 mg/L para preparar um padrão de controle.

6.7.3 Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado.

6.7.4 Cobrir o bquer com um vidro de relógio e insira um bastão de vidro para mantê-lo semi-tapado.

6.7.5 Levar para aquecimento em chapa.

6.7.6 Evaporar a amostra até cerca de 10 – 20 mL, antes que ocorra precipitação

NOTA: Não permitir que a amostra entre em ebulição.

6.7.7 Continuar adicionando ácido nítrico, se for necessário, até que a digestão esteja completa (solução límpida seja obtida).

NOTA: Não deixar a amostra secar durante a digestão.

- 6.7.8 Após a digestão completa da amostra, retirar o béquer da chapa e deixar esfriar até temperatura ambiente.
- 6.7.9 Lavar a parte inferior do vidro de relógio com pequenas porções de água deionizada.
- 6.7.10 Recolher as lavagens dentro do béquer
- 6.7.11 Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL com o auxílio de um funil.
- 6.7.12 Lavar as paredes do béquer com pequenas porções de água deionizada.
- 6.7.13 Recolher as lavagens no balão volumétrico de 50 mL.
- 6.7.14 Lavar o funil com pequenas porções de água deionizada.
- 6.7.15 Completar o volume com água deionizada e homogeneizar.
- 6.7.16 Transferir imediatamente do balão para um tubo falcon descartável de 50 mL para evitar contaminação devido ao vidro.
- 6.7.17 Fazer a preparação dos padrões, a inicialização do instrumento e leitura das amostras conforme o procedimento itens PN-7014 – Leitura em ICP-OES para determinação de metais totais ou solúveis em águas

6.8 - DIGESTÃO PARA METAIS TOTAIS – LEITURA VIA FORNO DE GRAFITE

- 6.8.1 Homogeneizar a amostra.
- 6.8.2 Pipetar 50,0 mL da amostra para um béquer de vidro de 400 mL.
- NOTA: Utilizar 50,0 mL de água deionizada no lugar da amostra para preparar um branco.
- NOTA: Utilizar 50,0 mL de solução de padrão de controle (preparada conforme item 6.2.3) para preparar um padrão de controle.
- 6.8.3 Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado.
- 6.8.4 Cobrir o béquer com um vidro de relógio e insira um bastão de vidro para mantê-lo semi-tapado.
- 6.8.5 Levar para aquecimento em chapa.
- 6.8.6 Evaporar a amostra até cerca de 10 – 20 mL, antes que ocorra precipitação
- NOTA: Não permitir que amostra entre em ebulição.
- 6.8.7 Continuar adicionando ácido nítrico, se for necessário, até que a digestão esteja completa (solução límpida seja obtida).
- NOTA: Não deixar que a amostra seque durante a digestão.
- 6.8.8 Após a digestão completa da amostra, retirar o béquer da chapa e deixar esfriar até temperatura ambiente.
- 6.8.9 Lavar a parte inferior do vidro de relógio com pequenas porções de água deionizada.
- 6.8.10 Recolher as lavagens dentro do béquer
- 6.8.11 Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL com o auxílio de um funil.
- 6.8.12 Lavar as paredes do béquer com pequenas porções de água deionizada.
- 6.8.13 Recolher as lavagens no tbalão.
- 6.8.14 Lavar o funil com pequenas porções de água deionizada.
- 6.8.15 Completar o volume com água deionizada até marca de 50 mL e homogeneizar.
- 6.8.16 Transferir imediatamente do balão para um tubo falcon descartável de 50 mL para evitar contaminação devido ao vidro.

6.8.16 Fazer a preparação dos padrões, a inicialização do instrumento e leitura das amostras conforme o procedimento itens PN-7014 – Leitura em ICP-OES para determinação de metais totais ou solúveis em águas

6.9 – CONTROLES DE QUALIDADE

6.11.1 Os controles utilizados nesta determinação são:

- Branco de preparação: o valor obtido na leitura do branco de preparação deve ser menor que o limite de quantificação (conforme Anexo I do PN-LAPOC-7014);
- Padrão de Controle: A análise de um padrão de controle deverá ser efetuada a cada batelada. Os resultados do padrão de controle deverão ser comparados aos valores certificados conforme PN-LAPOC-5900 ou lançados em carta de controle, conforme PN-LAPOC-5901 – Uso de cartas de controle.
- Duplicata: Uma amostra da batelada deverá ser analisada em duplicata e o coeficiente de variação (CV %) deverá ser menor que 20 %.

7 - QUADRO DE EDIÇÃO

REVISÃO	PÁGINA	DATA	ELABORAÇÃO	OBSERVAÇÕES
-	Todas	17/10/2013	Rodrigo L. Bonifácio	
01	2	03/02/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Atualizada referência 3.1, de SMWW 21nd edição 2005 para 22nd ed. 2012.
02	Página 4 – item 6.7.2	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado tipo do béquer utilizado na digestão, de teflon para vidro, permitindo verificar se amostra ferve ou não.
02	Página 5 – item 6.7.16	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Inserida instrução para transferir amostra digerida do balão para tubo falcon descartável a fim de evitar contaminação pelo vidro.
02	Página 5 – item 6.8.2	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado volume de digestão da amostra de 40 para 50 mL.
02	Página 5 – item 6.8.2	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado tipo do béquer utilizado na digestão, de teflon para vidro, permitindo verificar se amostra ferve ou não.
02	Página 5 – item 6.8.3	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado volume de ácido para digestão da amostra de 4 para 5 mL.
02	Página 5 – item 6.8.11	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado recipiente para diluição, de tubo falcon para balão volumétrico de 50 mL.
02	Página 5 – item 6.8.16	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Inserida instrução para transferir amostra digerida do balão para tubo falcon descartável a fim de evitar contaminação pelo vidro.

8 - ANEXOS

FIM DE DOCUMENTO