	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb E Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 1/7

1.0. OBJETIVO

Determinar a concentração de Cádmio, Chumbo, Cobre, Manganês e Ferro pelo método Absorção Atômica em Óxido de Zinco, Ligas de Zinco e Resíduos de Zinco.

2.0. ABRANGÊNCIA

Laboratório de Controle de Qualidade.

3.0 DEFINIÇÕES

Não se aplica.

4.0 NORMAS E PROCEDIMENTOS CORRELACIONADOS

- ASTM D 4075-01.
- ASTM E 536-98.

5.0 RESPONSABILIDADES

Auxiliar de Laboratório: realizar análises de acordo com método definidos.

Gerente de Vendas: aprovar os certificados de qualidade.

6.0 DETALHAMENTO

6.1. EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS

- Balança analítica.
- Bequer de 500ml F.A.
- Béquer de 100ml.
- Balão volumétrico de 100 e 1000ml.
- Proveta de 100 ml.
- Funil de haste longa.
- Papel de filtro faixa preta.
- Vidro de relógio.
- Pipeta volumétrica de 1, 5, 10ml.
- Micropipeta de volume ajustável de 0,1 a 1ml.

6.2. REAGENTES

6.2.1. Ácido Nítrico P.A.


6.2.2. Ácido Clorídrico P.A.

6.2.3. Padrão para Cádmio, Chumbo, Cobre, Ferro e Manganês de 1000ppm com certificado de rastreabilidade NIST-USA.

6.3. OPERAÇÃO DO ESPECTROFOTÔMETRO DE ABSORÇÃO ATÔMICA

6.3.1. Ligar o Espectrofotômetro de Absorção Atômica pressionando o botão on.

Elaborado por	Aprovado por
<i>DANIEL CARDOZO</i>	<i>PEDRO NAZARI</i>

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb e Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 2/7

6.3.2. Ligar o compressor de ar e abrir a válvula de ar do painel de controle situado ao lado do instrumento.

6.3.3. Verificar no manômetro de ar se a pressão se mantém de 40 à 60 psi.

6.3.4. Abrir a válvula do cilindro de Acetileno AA em seguida abrir a válvula correspondente no painel de controle situado ao lado do instrumento.

6.3.5. Verificar no manômetro de Acetileno se a pressão se mantém de 9 à 15 psi.

6.3.6. Verificar se o queimador não contenha resíduos em sua fenda, passar um cartão para efetuar desobstrução da fenda.

6.3.7. Inserir a lâmpada de catodo oco do elemento a ser determinado.

6.3.8. Ajustar a corrente, comprimento de onda e fenda adequada ao elemento a ser determinado.

6.3.9. Iniciar ajuste da lâmpada de catodo oco, alinhando de modo que a máxima energia luminosa seja direcionada ao longo do caminho ótico, ou seja obter o menor valor de voltagem na válvula fotomultiplicadora – PHT.

6.3.10. Iniciar ajuste do queimador, alinhando verticalmente e rotacionalmente com auxílio do cartão de alinhamento. Colocar o cartão no cento do queimador ajustando a incidência da lâmpada de catodo oco junto ao foco do cartão.

6.3.11. Verificar se o sifão(trap) está com água e com um béquer embaixo do seu dreno.

6.3.12. Ligar o sistema de exaustão de gases de queima.

6.3.13. Virar a válvula seletora de gás do instrumento para a posição "air" verificando a vazão do rotâmetro entre 3 e 5 unidades.

6.3.14. Abrir a válvula de Acetileno do instrumento, verificando a vazão do rotâmetro entre 2 e 3 unidades.

6.3.15. Pressionar o botão de ignição e mantê-lo pressionado até o queimador acender. Este deve ser feito com a tampa em frente ao queimador sempre fechada.

6.3.16. Iniciar operação passando o branco até valor zero estável.


6.3.17. Inserir padrões com leitura em triplicata. Anotar valores médios de absorbância em ficha de otimização FL-18. Manter desvio inferior a 1%.

6.3.18. Verificar o gráfico de calibração. Este deve apresentar forma linear, isto é uma reta (equação de 1º grau).

6.3.19. Inserir as amostras.

Observação: Sempre entre as amostras passar água destilada para limpeza do capilar e queimador.

6.4. PROCEDIMENTO

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb e Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 3/7

6.4.1. Pesar aproximadamente 1,800 g à 4,000 g de amostra (depende da concentração do elemento na amostra) em um vidro de relógio.

6.4.2. Transferir para um béquer de 500 ml F.A. adicionar 20ml de água destilada e 20ml de Ácido Clorídrico P.A., aquecer em chapa aquecedora até o ponto de ebulição, então adicionar 2ml de Ácido Nítrico P.A., concentrar até consistência xaroposa. Resfriar.

6.4.3. Transferir para um balão volumétrico de 100ml e completar o volume com água destilada.

6.4.4. Proceder com os procedimentos do item 6.3, utilizando os dados da tabela 1.

6.4.5. Anotar valores lidos de concentração em ficha de análise.

6.5. TABELA 1 – VALORES DE COMPRIMENTO DE ONDA, CORRENTE, FENDA E PADRÕES

Elementos	Comp. Onda (nm)	Corrente (mA)	Fenda (nm)	Padrão 1 (ppm)	Padrão 2 (ppm)	Padrão 3 (ppm)
Cd	228,8	5	0,5	0,50	1,20	2,00
Cu	324,7	4	0,5	1,00	2,50	4,00
Fe	248,3	5	0,5	2,50	6,0	10,00
Pb	283,3	6	1,0	10,00	25,00	40,00
Mn	279,48	Automático*	1,8/0,6	1,00	3,00	5,00

* O equipamento Perkin Elmer seleciona automaticamente este quesito e nossa lâmpada de Mn só é compatível a este equipamento.

6.6. PREPARO DE SOLUÇÕES PADRÃO DE CADMIO

6.6.1. Partir de uma solução padrão de 1000ppm com certificado de rastreabilidade: standard reference material 3108 – Cadmium – NIST – USA.

6.6.2. Pipetar 10ml de solução padrão 1000ppm e transferir para um balão volumétrico de 100ml, completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 100ppm de Cádmi.

6.6.3. Pipetar 0,500ml de solução padrão 100ppm de Cádmi em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em uma solução padrão 0,50ppm de Cádmi.


6.6.4. Pipetar 1,200ml de solução padrão 100ppm de Cádmi em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 1,20ppm de Cádmi.

6.6.5. Pipetar 2,000ml de solução padrão 100ppm de Cádmi em um béquer de 100ml e transferir para um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 2,00ppm de Cádmi.

6.7. PREPARO DE SOLUÇÕES PADRÃO DE CHUMBO

6.7.1. Partir de uma solução padrão de 1000ppm com certificado de rastreabilidade: standard reference material 3128 – Lead – NIST – USA.

6.7.1. Pipetar 10ml de solução padrão 1000ppm e transferir para um balão volumétrico de 100ml, completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 100ppm de Chumbo.

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb e Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 4/7

6.7.3. Pipetar 10,00ml de solução padrão 100ppm de Chumbo em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em um solução padrão 10,00ppm de Chumbo.

6.7.4. Pipetar 25,00ml de solução padrão 100ppm de Chumbo em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em uma solução padrão 25,00ppm de Chumbo.

6.7.5. Pipetar 40,000g de solução padrão 100ppm de Chumbo em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em uma solução padrão 40,00ppm de Chumbo.

6.8. PREPARO DE SOLUÇÕES PADRÃO DE COBRE

6.8.1. Partir de uma solução padrão de 1000ppm com certificado de rastreabilidade: standard reference material 3114 – Copper – NIST – USA.

6.8.2. Pipetar 10ml de solução padrão 1000ppm e transferir para um balão volumétrico de 100ml, completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 100ppm de Cobre.

6.8.3. Pipetar 1,00ml de solução padrão 100ppm de Cobre em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 1,00ppm de Cobre.

6.8.4. Pipetar 2,500ml de solução padrão 100ppm de Cobre em um um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 2,50ppm de Cobre.

6.8.5. Pipetar 4,00ml de solução padrão 100ppm de Cobre em um para um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 4,00ppm de Cobre.

6.9. PREPARO DE SOLUÇÕES PADRÃO DE FERRO


6.9.1. Partir de uma solução padrão de 1000ppm com certificado de rastreabilidade: standard reference material 3126a – Iron – NIST – USA.

6.9.2. Pipetar 10,00ml de solução padrão 1000ppm e transferir para um balão volumétrico de 100ml, completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 100ppm de Ferro.

6.9.3. Pipetar 2,500ml de solução padrão 100ppm de Ferro em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 2,50ppm de Ferro.

6.9.5. Pipetar 6,00ml de solução padrão 100ppm de Ferro em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 6,00ppm de Ferro.

6.9.6. Pipetar 10,00ml de solução padrão 100ppm de Ferro em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 10,00ppm de Ferro.

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb e Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 5/7

6.10. PREPARO DE SOLUÇÕES PADRÃO DE MANGANÊS

6.10.1. Partir de uma solução padrão de 1000ppm com certificado de rastreabilidade: standard reference material 682 – High Purity Zinc – NIST – USA.

6.10.2. Pipetar 10ml de solução padrão 1000ppm e transferir para um balão volumétrico de 100ml, completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 100ppm de Cobre.

6.10.3. Pipetar 1,00ml de solução padrão 100ppm de Cobre em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 1,00ppm de Cobre.

6.10.4. Pipetar 3,00ml de solução padrão 100ppm de Cobre em um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 3,00ppm de Cobre.

6.10.5. Pipetar 5,00ml de solução padrão 100ppm de Cobre em um para um balão volumétrico de 100ml. Completar até o menisco com Ácido Nítrico 5% e agitar. Esta resulta em solução padrão 5,00ppm de Cobre.

6.11. CÁLCULOS

$$C \text{ ppm} = \frac{V \times L}{M}$$

$$C \% = \frac{C \text{ ppm}}{10000}$$

Sendo:

C ppm= Concentração do elemento analisado em unidade ppm.

C %= Concentração do elemento analisado em unidade %.

L= Leitura de concentração efetuada no instrumento.

M= Massa de amostra utilizada.

V= Volume ao qual a amostra foi submetida (100 ml).

NOTA 1: Se a leitura efetuada no equipamento for menor ou igual a zero, isto indica que a massa utilizada não foi suficiente para a determinação ou que o elemento é ausente na amostra.

NOTA 2: Se a leitura for maior que a curva de calibração, indica que a massa utilizada foi muito alta, necessitando de uma diluição. Nesta situação o cálculo muda:


$$C \text{ ppm} = \frac{V \times L \times D}{M}$$

$$C \% = \frac{C \text{ ppm}}{10000}$$

Sendo D a diluição utilizada.

6.12. TABELA DE DILUIÇÕES

Alíquota (ml)	Balão Volumétrico(ml)	Diluição (D)
0,10	100	1000
1,00	100	100
2,00	100	50
5,00	100	20
10,00	100	10
20,00	100	5

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb e Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 6/7

25,00	100	4
50,00	100	2

6.13. RECOMENDAÇÕES

6.13.1. Sempre fazer o ajuste de foco da lâmpada antes de qualquer análise e antes de acender a chama.

6.13.2. Sempre fazer ajuste do queimador de modo que o mesmo esteja fora do caminho ótico (altura vertical demasiada) antes de tentar alinhar a lâmpada de catodo oco e ajuste do monocromador.

6.13.3. Garantir que a lâmpada de catodo oco está funcionando corretamente, com a corrente recomendada e que corresponda ao elemento ao qual deseja-se analisar.

6.13.4. Sempre operar com o sistema de exaustão ligado, para evitar uma corrosão precoce do instrumento.

6.13.5. Apenas inserir ao nebulizador amostras líquidas livres de matéria em suspensão, se preciso realizar filtragem para atingir este ponto.

6.13.6. Fazer periodicamente limpeza no capilar do nebulizador, passando um fio de aço inox em seu interior.

6.13.7. Fazer drenagem de água e óleo do compressor de ar com frequência semanal.

6.13.8. Fazer limpeza no queimador sempre que se notar resíduos de solução em sua fenda.

6.13.9. Sempre após término das análises, passar água destilada por 1 minuto antes de apagar a chama.

6.13.10. Sempre abrir primeiro a válvula de ar e depois a válvula de Acetileno ao acender a chama.

6.13.11. Ao apagar a chama sempre fechar primeiro o registro de Acetileno e depois o ar.


6.13.12. Enquanto operar o instrumento sempre monitorar as pressões de ar e Acetileno no painel de controle de gases conforme procedimentos 6.3.3 e 6.3.5.

6.13.13. A pressão de saída do cilindro de Acetileno deve estar próximo de 1,10 kgf/cm².

6.13.14. Nunca deixar esgotar o cilindro de acetileno; quando este estiver próximo dos 2kgf/cm² providencia a reposição.

7.0. REGISTROS

Ficha de análise FL-11

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-11-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE Cd, Cu, Fe, Pb e Mn PELO MÉTODO ABSORÇÃO ATÔMICA	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 23.04.2007
		Pág.: 7/7

8.0. CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO

CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO	CÓPIAS
LCQ	01

9.0. CONTROLE DAS REVISÕES

Revisão	Data	Histórico das Alterações
00	23.04.2007	Emissão inicial