

1 OBJETIVO

Descrever a metodologia utilizada no Serviço de Análises Químicas (SERVAQ) para a quantificação de metais em amostras ambientais, tanto líquidas quanto sólidas, empregando a técnica de Espectrofotometria de Absorção Atômica com Chama (FAAS).

2 CAMPO DE APLICAÇÃO E VIGÊNCIA

Este procedimento é adequado para a quantificação direta de metais, tanto dissolvidos quanto totais, em diversas matrizes, como água (excluindo ambientes salinos e salobros), efluentes líquidos, solo, sedimentos e lodo. A determinação dos metais será executada conforme os procedimentos 3111B ou 3111D, padronizados pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (SMWW). As especificações referentes ao comprimento de onda e ao método aplicável a cada metal a ser analisado encontram-se detalhadas na Tabela 1.1 em anexo. Passa a vigorar a partir da data de aprovação.

3 TERMOS E ABREVIATURAS

TERMO / SIGLA	OBJETO
FAAS	Sigla em inglês para “Espectrofotometria de Absorção Atômica com Chama”
SMWW	“Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”, livro referência.
SERVAQ	Serviço de análises química

4 REFERÊNCIAS

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Methods for the Determination of Metals in Environmental Samples. Ohio: C. K. Smoley, 1992;

U.S. EPA. 1992. “Method 3005A (SW-846): Acid digestion of waters for total recoverable or dissolved metals for analysis by FLAA or ICP spectroscopy,” Revision 1. Washington, DC;

U.S. EPA. 2007. “Method 3015A (SW-846): Microwave Assisted Acid Digestion of Aqueous Samples and Extracts,” Revision 1. Washington, DC;

U.S. EPA. 2007. “Method 3051A (SW-846): Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, and Oils,” Revision 1. Washington, DC.;

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 24ª ed., EUA. 2022;

INMETRO – Avaliação de Dados da Medição: Guia para Expressão da Incerteza de Medição – GUM 2008. 1ª ed., Rio de Janeiro, 2012;

ABNT NBR 5891: Regras de arredondamento na numeração decimal. Rio de Janeiro, 2014;

NBR 9898 – Preservação e Técnicas de Amostragem de Efluentes Líquidos e Corpos Receptores. Rio de Janeiro: ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), 1987;

DOQ-CGCRE-022, Orientações para aplicação dos requisitos técnicos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 na acreditação de laboratórios de calibração para o grupo de serviço de físico-química. Rev. 03 – JUL / 2019;

DOQ-CGCRE-08 - Orientação sobre validação de métodos analíticos. Rev. 09 – JUN / 2020;

POP-INEA-GERLAB-204 – Garantia da Qualidade dos Resultados;

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 1 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de Métodos de Ensaio;

POP-INEA-GERLAB-209 – Estimativa da Incerteza da Medição;

POP-INEA-GERLAB-218 Controle de Qualidade das Frascarias;

POP-INEA-GERLAB-601 – Medidas Gerais de Segurança e Prevenção de Acidentes;

POP-INEA-GERLAB-604 – Limpeza e Descontaminação de Vidraria e Materiais Diversos de Laboratórios;

POP-INEA-GERLAB-635 – Incerteza de Medição Labwin UNC;

POP-INEA-GERLAB 701 – Preparo de Soluções para análise de metais;

POP-INEA-GERLAB 702 – Preparo de Padrões para análise de metais;

POP-INEA-GERLAB-712 – Operação e Calibração do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS - Varian;

POP-INEA-GERLAB-716 – Operação do Micro-ondas CEM Mars 6;

POP-INEA-GERLAB-724 – Operação da estufa com circulação mecânica FANEM – Modelo 320E;

POP-INEA-GERLAB-726 – Operação da chapa de aquecimento;

POP-INEA-GERLAB-800 – Água reagente;

POP-INEA-GERLAB-811 – Lavagem de material usado em análises orgânicas;

ME-INEA-GERLAB-610 – Determinação de umidade em amostras sólidas e semi-sólidas.

5 RESPONSABILIDADES GERAIS

FUNÇÃO	RESPONSABILIDADE
SERVAQ	A análise crítica deste documento é de responsabilidade do SERVAQ. A execução dos procedimentos descritos é de responsabilidade dos técnicos e analistas do SERVAQ.

6 PROCEDIMENTOS

6.1 Princípio do método

6.1.1 Na FAAS, a amostra líquida é aspirada e então atomizada na chama. Um feixe de luz passa através desta mesma chama e chega a um detector, que avalia a intensidade da luz absorvida pela amostra em um comprimento de onda característico do elemento analisado. A concentração da amostra é determinada pela comparação da absorbância com padrões de concentração conhecida.

6.2 Interferências

6.2.1 A ionização é uma interferência comum nas análises por absorção atômica com chama, podendo ser minimizada ao adicionar substâncias mais facilmente ionizáveis do que o analito nas amostras, padrões e brancos;

6.2.2 A ausência de dissociação molecular pode ser superada ao empregar a chama de óxido nitroso/acetileno. A elevada temperatura dessa chama possibilita a separação de compostos que permanecem estáveis na chama de ar/acetileno;

6.2.3 Absorção molecular e espalhamento da luz pela presença de partículas sólidas na chama pode causar valores errôneos de absorção, resultando em erros positivos. Neste caso, recomenda-se o uso do corretor de ruído de fundo acoplado ao espectrômetro de absorção atômica.

6.3 Aspectos de segurança

6.3.1 Cada produto químico deve ser reconhecido como um potencial risco à saúde. A equipe deve ser treinada e cuidadosa no manuseio de reagentes, solventes e equipamentos, usando equipamentos de proteção individual (EPIs) e operando em ambiente com exaustão adequada, conforme definido no POP-INEA-GERLAB-601;

Nota: Os produtos químicos a seguir apresentam elevado potencial de toxicidade ou periculosidade. Para informações detalhadas, consulte a Ficha com Dados de Segurança (FDS): ácido nítrico, ácido clorídrico, óxido nitroso, acetileno. As FDS para todos os padrões e reagentes estão disponíveis na sala da análise. A chama pode atingir até 2800°C, não toque na cabeça do queimador até que tenha esfriado à temperatura ambiente;

6.3.2 Os perigos associados aos gases comprimidos podem incluir asfixia, exposição a substâncias tóxicas, incêndio e explosão, além dos riscos físicos relacionados ao trabalho com sistemas de alta pressão. Para garantir a segurança, é fundamental adotar precauções adequadas no armazenamento, uso e manuseio desses gases. Nota: O acetileno é dissolvido em acetona, por esse motivo os cilindros deverão ser substituídos quando atingirem pressões de 689 kPa (100 psi). Caso contrário, a acetona pode causar danos às válvulas ou tubulações no sistema de controle de gás do queimador.

6.4 Equipamentos e materiais

- 6.4.1 Espectrofotômetro de absorção atômica com chama;
- 6.4.2 Lâmpadas de catodo oco para leitura dos metais a serem determinados;
- 6.4.3 Acetileno para absorção atômica;
- 6.4.4 Óxido nitroso para absorção atômica;
- 6.4.5 Ar comprimido filtrado para eliminar óleo, água, pó e outras impurezas;
- 6.4.6 Balança com precisão de 0,01 mg;
- 6.4.7 Balões volumétricos de 50 e 100 mL;
- 6.4.8 Béqueres de 300 a 400 mL;
- 6.4.9 Chapa de aquecimento com termostato regulável;
- 6.4.10 Capsulas de porcelana;
- 6.4.11 Dessecador;
- 6.4.12 Erlenmeyers com capacidade de até 500 mL;
- 6.4.13 Estufa com termostato regulável;

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 3 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

- 6.4.14 Funil analítico;
- 6.4.15 Moinho;
- 6.4.16 Papel de filtro – filtração média;
- 6.4.17 Pipetas de Kipp de 1, 2, 5 e 10 mL;
- 6.4.18 Provetas graduadas de 50, 100, 250 e 500 mL;
- 6.4.19 Separador de frações com peneiras de 0,075 a 2,0 mm;
- 6.4.20 Vidros de relógio estriado;
- 6.4.21 Tubo de centrifuga graduado de 50 mL.

6.5 Reagentes, soluções e padrões

- Água reagente;
- Ácido clorídrico concentrado P.A.;
- Ácido nítrico concentrado P.A.;
- Solução de ácido clorídrico (1+4);
- Solução de ácido nítrico (1+1);
- Solução supressora de carbonato de cálcio 0,63 g/L;
- Solução supressora de cloreto de potássio a 25%;
- Solução supressora de peróxido de hidrogênio 30%;
- Solução supressora de nitrato de prata nonahidratado P.A.

6.5.1 Soluções-padrão contendo os metais a serem analisados.

Nota: O preparo das soluções e dos padrões está descrito no POP-INEA -GERLAB 701 – Preparo de Soluções para Análise de Metais e no POP-INEA-GERLAB 702 – Preparo de Padrões para Análise de Metais, respectivamente.

6.6 Preservação de Amostras / Condicionantes para análise

6.6.1 Amostras não filtradas previamente em campo devem ser submetidas a filtragem imediata após o recebimento, utilizando filtros de fibra de vidro. Em seguida, devem ser transferidas para frascos limpos feitos de HDPE (Polietileno de Alta Densidade) e armazenadas a 4°C, no escuro, caso a análise ocorra dentro de 30 dias após o recebimento. Para um período de armazenamento superior a 30 dias, as amostras devem ser mantidas congeladas a -18°C.

6.6.2 Tratamento para Metais Dissolvidos em amostras líquidas

6.6.1 Medir uma alíquota de 100 mL da amostra previamente filtrada em membrana 0,45 µm;

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 4 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

6.6.2 Transferir para um béquer, adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado e 1 mL de ácido clorídrico concentrado.

a) Para a determinação de Ferro e Manganês, adicionar 2 mL de solução de carbonato de cálcio após a digestão;

b) Para a determinação de Alumínio e Bário, adicionar 1 mL de solução de cloreto de potássio após a digestão;

c) Para a determinação de Cromo, adicionar 1 mL de solução de peróxido de hidrogênio 30% após a digestão;

d) Para a determinação de Molibdênio e Vanádio, adicionar 1 mL de solução de nitrato de prata nonahidratado após a digestão.

6.6.3 Transferir quantitativamente para vidraria graduada de 50 mL.

6.7 Tratamento para Metais Totais em águas naturais – Digestão por Chapa

6.7.1 Medir uma alíquota de 250 mL da amostra;

6.7.2 Transferir para um béquer, adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado e 2 mL de ácido clorídrico concentrado.

6.7.3 Cobrir com vidro de relógio e levar à chapa aquecida até reduzir o volume menor que 50 mL. Nota: Não deixar a amostra entrar em ebulição.

6.7.4 Esfriar e filtrar a amostra através de funil analítico com papel de filtro; transferir quantitativamente para vidraria graduada de 50 mL e completar o volume até 50 mL com água grau I.

a) Para a determinação de Ferro e Manganês, adicionar 2 mL de solução de carbonato de cálcio após a digestão;

b) Para a determinação de Alumínio e Bário, adicionar 1 mL de solução de cloreto de potássio após a digestão;

c) Para a determinação de Cromo, adicionar 1 mL de solução de peróxido de hidrogênio 30% após a digestão;

d) Para a determinação de Molibdênio e Vanádio, adicionar 1 mL de solução de nitrato de prata nonahidratado após a digestão;

e) Processar concomitantemente o branco. Posicionar na parte frontal da chapa para evitar contaminação com vapores das amostras;

f) No caso de amostras inodoras, incolores e com turbidez abaixo de 1 NTU, não é necessária a digestão para totais.

6.8 Tratamento para Metais Totais em efluentes industriais – Digestão por Chapa

6.8.1 Medir uma alíquota de 50 mL da amostra e transferir para um erlenmeyer;

6.8.2 Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado P.A. e 2 mL de ácido clorídrico concentrado P.A.. Cobrir com vidro de relógio e levar à chapa aquecida até reduzir o volume em torno de 20 mL. Nota: Não deixar a amostra entrar em ebulição.

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 5 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

6.8.3 Cobrir com vidro de relógio e levar à chapa aquecida até reduzir o volume menor que 50 mL.

Nota: Não deixar a amostra entrar em ebulição.

6.8.4 Esfriar e filtrar a amostra através de funil analítico com papel de filtro, transferir quantitativamente para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água grau I.

a) Para a determinação de Ferro e Manganês, adicionar 2 mL de solução de carbonato de cálcio após a digestão;

b) Para a determinação de Alumínio e Bário, adicionar 1 mL de solução de cloreto de potássio após a digestão;

c) Para a determinação de Cromo, adicionar 1 mL de solução de peróxido de hidrogênio 30% após a digestão;

d) Para a determinação de Molibdênio e Vanádio, adicionar 1 mL de solução de nitrato de prata nonahidratado após a digestão;

e) Processar concomitantemente o branco. Posicionar na parte frontal da chapa para evitar contaminação com vapores das amostras.

6.9 Tratamento para Metais Totais em amostras sólidas – Digestão por Chapa

6.9.1 Para amostras com umidade a partir de 35%, homogeneizar e pesar cerca de 50 g em cápsula de porcelana. Em casos com umidade menor que isto, uma alíquota de 20 g é suficiente;

6.9.2 Secar em estufa, conforme descrito no POP-INEA-GERLAB-724 – Operação da estufa com circulação mecânica FANEM – Modelo 320E, a temperatura constante de 60 °C. Após a secagem, as amostras devem ser esfriadas a temperatura ambiente em dessecador, e em seguida maceradas em gral ou moinho;

6.9.3 Passar a amostra seca e moída em uma peneira de polipropileno *mesh* 5, seguindo apenas com os grãos cujo diâmetro é inferior a 4 mm;

6.9.4 Pesar 1,0 ($\pm 0,01$) g da amostra em béquer ou erlenmeyer e adicionar 4 mL da solução de ácido nítrico (1+1) e 10 mL da solução de ácido clorídrico (1+4). Cobrir com vidro de relógio e levar à chapa aquecida a aproximadamente 95 °C por 30 minutos; Nota: Usar um béquer com água ultrapura no centro da chapa para ajustar a temperatura em 85 °C. O vidro de relógio, ao tampar, terminaria de aumentar a temperatura da amostra até a desejada. Não deixar entrar em ebulição.

6.9.5 Esfriar e filtrar a amostra através de funil analítico com papel de filtro, transferindo-a quantitativamente para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água grau I.

a) Para a determinação de Ferro e Manganês, adicionar 2 mL de solução de carbonato de cálcio após a digestão;

b) Para a determinação de Alumínio e Bário, adicionar 1 mL de solução de cloreto de potássio após a digestão;

c) Processar concomitantemente o branco. Posicionar na parte frontal da chapa para evitar contaminação com vapores das amostras.

6.10 Tratamento para Metais Totais em águas naturais e efluentes industriais – Digestão por Micro-ondas

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 6 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

6.10.1 Medir uma alíquota de 45 mL da amostra e transferir ao tubo de digestão do próprio equipamento;

6.10.2 Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado. Em determinações de Ferro, Alumínio, Bário ou Estanho, adicionar 4 mL de ácido nítrico e 1 mL de ácido clorídrico concentrado;

Nota: A adição de ácido clorídrico garante melhores recuperações para os analitos citados.

6.10.3 Tampar o tubo, homogeneizar sutilmente a amostra e posicioná-lo no micro-ondas. A operação deste é descrita no POP-INEA-GERLAB-716 – Operação do Micro-ondas CEM Mars 6;

6.10.4 Em 10 min, a temperatura interna deve ser elevada a 170 (\pm 5) °C, devendo também ser mantida na mesma por mais 10 min (completando o tempo de digestão de 20 min);

6.10.5 Deixar resfriar até temperatura ambiente (vide visor do equipamento) para então retirar o tubo com amostra concentrada;

6.10.6 Filtrar em papel-filtro ou centrifugar em 2000-3000 RPM por 10 minutos. Por fim, transferir a um frasco volumétrico e avolumar a 50 mL para a leitura.

a) Para a determinação de Ferro e Manganês, adicionar 2 mL de solução de carbonato de cálcio após a digestão;

b) Para a determinação de Alumínio e Bário, adicionar 1 mL de solução de cloreto de potássio após a digestão;

c) Para a determinação de Cromo, adicionar 1 mL de solução de peróxido de hidrogênio 30% após a digestão;

d) Para a determinação de Molibdênio e Vanádio, adicionar 1 mL de solução de nitrato de prata nonahidratado após a digestão;

6.11 Tratamento para Metais Totais em amostras sólidas – Digestão por Micro-ondas

6.11.1 Pesar 0,500 g da amostra sólida. Se (0,250 se estiver com óleo), secar em estufa (até 60°C), macerar e homogeneizar (peneirando se necessário);

6.11.2 Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado. Em determinações de Ferro, Alumínio, Bário ou Estanho, adicionar 4 mL de ácido nítrico e 1 mL de ácido clorídrico concentrado.

6.11.3 Tampar o tubo, homogeneizar sutilmente a amostra e posicioná-lo no micro-ondas. Consultar POP-INEA-GERLAB-716 – Operação do Micro-ondas CEM Mars 6;

6.11.4 Em 10 minutos, a temperatura deve ser elevada a 170 °C, devendo também ser mantida assim por mais 10 minutos;

6.11.5 Ao término da digestão, deixar resfriar até temperatura ambiente (vide visor do equipamento), para enfim retirar o tubo com amostra concentrada;

6.11.6 Se a amostra digerida conter material particulado, filtrar em papel-filtro ou centrifugar em 2000-3000 RPM por 10 minutos. Por fim, transferir a um frasco volumétrico e avolumar a 50 mL para a leitura.

a) Para a determinação de Ferro e Manganês, adicionar 2 mL de solução de carbonato de cálcio após a digestão;

b) Para a determinação de Alumínio e Bário, adicionar 1 mL de solução de cloreto de potássio após a digestão;

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 7 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

c) Para a determinação de Cromo, adicionar 1 mL de solução de peróxido de hidrogênio 30% após a digestão;

d) Para a determinação de Molibdênio e Vanádio, adicionar 1 mL de solução de nitrato de prata nonahidratado após a digestão.

6.12 Operação do equipamento / calibração

6.12.1 A calibração e a operação do equipamento são executadas de acordo com o descrito no POP-INEA-GERLAB 712 - Operação e Calibração do Espectrômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian.

6.13 Medição do analito

6.13.1 Efetuar as leituras do branco e dos padrões para obtenção da curva de calibração (regressão linear efetuada pelo equipamento);

6.13.2 Efetuar as leituras das amostras. O equipamento realizará automaticamente o cálculo das concentrações, utilizando a curva de calibração previamente calculada. Reportar os resultados em mg/L.

7 QUALIDADE

7.1 Validação

7.1.1 De acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de métodos de ensaios, o referido método não necessita de validação, pois segue método normalizado definido pelo AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Maryland: United Book Press, 24ª ed., 2022* e pelo U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. *Methods for the Determination of Metals in Environmental Samples. Ohio: C. K. Smoley, 1992*. Entretanto, com o objetivo de confirmação de exame e fornecimento evidência objetiva de que o método é adequado ao uso pretendido realizou-se o experimento de:

Item	Resultado
Linearidade	Uma curva com ao menos 4 pontos foi obtida a partir de resultados experimentais. A sensibilidade foi expressada através da inclinação da curva. A faixa de trabalho do LQ à Linearidade. E a Linearidade foi definida pela curva analítica.
Faixa linear de trabalho	
Sensibilidade	
Limite de Detecção do Método	O LDM foi calculado como 3 desvios padrão, e o LQ calculado como 10 desvios padrão (3,3 LDMs).
Limite de Quantificação	
Exatidão	A exatidão, % de recuperação e repetitividade foram expressas quantitativamente em termos da característica da dispersão dos resultados e determinadas por meio da análise de padrões.
%Recuperação	
Repetitividade (precisão)	

Os resultados encontram-se declarados nos relatórios de validação emitidos pelo módulo de Validação do LABWIN.

7.1.2 De acordo com os critérios definidos no POP-INEA-GERLAB-205 – Validação de métodos de ensaios, uma das técnicas adotadas para determinação do desempenho de um método é através de comparações interlaboratoriais. O laboratório participa de programas de ensaios de proficiência para este método regularmente, conforme definido no POP-INEA-GERLAB-204 – Controle de Qualidade Analítica.

7.2 Controle de qualidade e critérios de aceitação

7.2.1 Conforme POP-INEA-GERLAB 204 – Controle de qualidade analítica, abaixo se encontram exemplos de critérios que podem ser utilizados para verificação de dados e controle da qualidade dos resultados analíticos para este método.

7.2.2 Verificar a ausência de contaminação dos reagentes, da água purificada utilizada e do processo de análise através da análise inicial de um branco do método. Os resultados obtidos no branco do método para cada analito de interesse devem estar em níveis de concentração que não interfiram com as determinações dos analitos nas amostras (em geral menores que o limite de quantificação do método). Caso os resultados obtidos sejam em concentrações que interfiram nas determinações dos analitos nas amostras, todos os reagentes (eluente, soluções de supressão e de lavagem) e a água de limpeza do sistema devem ser descartados e preparados novamente.

7.2.3 Verificar a curva de calibração inicialmente antes de analisar as amostras utilizando um padrão de verificação inicial com concentração igual ao ponto médio da curva. Os valores obtidos devem estar entre: 85-115% (SMWW 3111 A - 24ª Ed) do valor nominal da concentração de cada analito. Caso os valores obtidos fiquem fora do limite estabelecido, avaliar e corrigir possíveis erros e em seguida repetir a verificação. Se a repetição da verificação atender aos limites, continuar as determinações, caso contrário, refazer a curva de calibração. Lançar os valores do padrão de verificação em uma Carta de Controle de Média de padrão de verificação inicial para avaliação da exatidão da curva de calibração. O padrão de verificação da calibração deve ser diferente do utilizado para calibração (outro fabricante, outro lote, etc.).

Nota: Considerar como batelada uma quantidade de até 10 amostras analisadas nas mesmas condições, em um mesmo dia e utilizando os mesmos reagentes. Quando ocorrer o recebimento de menos de 10 amostras no dia fazer pelo menos um de cada controle e uma duplicata em uma das amostras recebidas. O mesmo critério deverá ser adotado para um número maior de vinte amostras e menor que seus múltiplos.

7.3 Lavagem de vidrarias

7.3.1 A lavagem do material utilizado neste procedimento é executada de acordo com o descrito no POP-INEA-GERLAB 700 – Lavagem de Material Usado em Análises de Metais.

8 CÁLCULOS E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

8.1 Amostras de água

8.1.1 As amostras de água devem ser concentradas n vezes (na maioria dos casos, cinco), de forma a seguir a orientação descrita no POP-INEA-GERLAB-712 – Operação e Calibração do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian, para inserir o volume inicial e o volume final da amostra, além de inserir o valor de diluição quando for aplicável a diluição da amostra. A concentração do analito será expressa mediante a leitura direta gerada pelo equipamento.

Nota: Para os casos em que a amostra for concentrada n vezes e o equipamento utilizado não expressar a concentração do analito mediante leitura direta, considerar os cálculos descritos abaixo:

$$C = Ca \times Fd \times 1/n$$

Onde:

C = Concentração de metal na amostra em mg/L;

Ca = Leitura direta da concentração analisada, gerada pelo equipamento em mg/L;

Fd = Fator de diluição aplicado à alíquota de amostra analisada;

1/n = Fator de conversão.

Código: ME-INEA-GERLAB-703	Data de aprovação: 13/12/2024	Revisão: 14	Paginação: 9 de 11
--------------------------------------	---	-----------------------	------------------------------

8.2 Amostras de efluente

8.2.1 Nos casos onde for necessária diluição da amostra seguir a orientação descrita no POP-INEA-GERLAB-712 – Operação e Calibração do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian, para inserir o valor de diluição. A concentração do analito será expressa mediante a leitura direta gerada pelo equipamento.

Nota: Para os casos em que houver a diluição da amostra analisada e o equipamento utilizado não expressar a concentração do analito mediante leitura direta, considerar os cálculos descritos abaixo:

$$C = Ca \times Fd$$

Onde:

C_{elemento} = Concentração do metal na amostra analisada em mg/L;

Ca = Leitura direta da concentração analisada, gerada pelo equipamento em mg/L;

Fd = Fator de diluição aplicado à alíquota de amostra analisada.

8.3 Amostras sólidas

8.3.1 Os resultados das amostras sólidas são expressos em mg/Kg, para tal seguir a orientação descrita no POP-INEA-GERLAB-712 – Operação e Calibração do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian, para inserir o valor referente ao volume final da amostra (mL) dividido pela massa inicial da amostra (g), além de inserir o valor de diluição quando for aplicável a diluição da amostra. A concentração do analito será expressa mediante a leitura direta gerada pelo equipamento em mg/Kg

Nota: Para os casos de amostras sólidas em que o equipamento utilizado não expressar a concentração do analito mediante leitura direta, considerar os cálculos descritos abaixo:

$$C = Ca \times Fd \times Vi(mL)/mi(g)$$

Onde:

C = Concentração de metal na amostra em mg/Kg;

Ca = Leitura direta da concentração analisada, gerada pelo equipamento em mg/L;

Fd = Fator de diluição aplicado à alíquota de amostra analisada;

Vi = Volume inicial da amostra em mL;

mi = Massa inicial da amostra em g.

8.4 Considerações

8.4.1 Os registros dos resultados serão gerados diretamente pelo programa do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian TAG: EP/07-119-I. Registrar no sistema *LabWin* os resultados obtidos tanto de amostras como de duplicatas. Neste caso, o sistema expressará os resultados diretamente, conforme os critérios estabelecidos;

8.4.2 Casos excepcionais em que não seja possível a impressão dos registros de resultados gerados diretamente pelo programa do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian TAG: EP/07-119-I, deve-se utilizar o formulário FRM-ME-703-02 para registro da memória de análises e cálculos.

9 REGISTROS

- FRM-ME-703-01 – Registro de digestão de amostras;
- FRM-ME-703-02 – Memória de Análises e Cálculos SERVAQ metais – Espectrofotometria por Absorção Atômica (Opcional);

Código:	Data de aprovação:	Revisão:	Paginação:
ME-INEA-GERLAB-703	13/12/2024	14	10 de 11

- FRM-POP-716-01 – Registro de utilização do Micro-ondas CEM Mars 6;
- Registro de resultados gerados diretamente pelo programa do Espectrofotômetro de Absorção Atômica modelo AA 240FS – Varian TAG: EP/07-119-I.

10 ANEXOS

Anexo 1 - Condições de análise dos metais

Elemento	Comprimento De Onda (nm)	Mistura De Gases ^{1, 2}	Método Analítico
Al	309,3	N - Ac	3111D
Sb	217,6	A - Ac	3111B
Ba	553,6	N - Ac	3111D
B	249,8	N - Ac	3111B
Cd	228,8	A - Ac	3111D
Pb	283,3	A - Ac	3111D
Co	240,7	A - Ac	3111B
Cu	324,7	A - Ac	3111D
Cr	357,9	A - Ac	3111D
Sn	224,6	N - Ac	3111B
Fe	248,3	A - Ac	3111D
Mn	279,5	A - Ac	3111D
Ni	232,0	A - Ac	3111D
Ag	328,1	A - Ac	3111B
Ti	365,3	N - Ac	3111B
V	318,4	N - Ac	3111B
Zn	213,9	A - Ac	3111D

Nota 1: A – Ac = ar + acetileno; N – Ac = óxido nitroso + acetileno;

Nota 2: Para chama de óxido nitroso + acetileno, verificar se há um pequeno cone avermelhado em sua base. Caso contrário, ajustar as vazões dos gases.

11 HISTÓRICO DA ÚLTIMA REVISÃO

Atualização para adequação ao POP-INEA-GERLAB-104, NOI-INEA-01-R1 e *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 24ª ed., EUA, 2022.