

- P1* : peso do cadinho vazio, em g;
P2 : peso do cadinho com o resíduo após dessecação, em g;
Te : tomada de ensaio da amostra, em g.

6.4.9. Critério de aceitação: Máximo 6 mg (0,3%)

6.5. Corantes orgânicos e lacas

6.5.1. Condições de análise

- 6.5.1.1. Proceder conforme POP DIFIQ MG 114;
6.5.1.2. Comprimento de onda: 350 nm a 750 nm;
6.5.1.3. Cubeta: quartzo;
6.5.1.4. Caminho óptico: 10 mm.

6.5.2. Preparo das soluções

6.5.2.1. Solução amostra (1)

- 6.5.2.1.1. Transferir 1,0 g da amostra para um béquer e adicionar 25 mL de 1-cloronaftaleno;
6.5.2.1.2. Aquecer em banho-maria fervente por 15 minutos, com agitação ocasional;
6.5.2.1.3. Filtrar o conteúdo do béquer através de papel de filtro de retenção resistente ao 1-cloronaftaleno;
6.5.2.1.4. Se o filtrado apresentar turbidez visível, centrifugar por 15 minutos.

6.5.2.2. Solução amostra (2)

- 6.5.2.2.1. Transferir 1,0 g da amostra para um béquer e adicionar 25 mL de etanol;
6.5.2.2.2. Aquecer até fervura e filtrar o conteúdo do béquer através de papel de filtro de retenção resistente ao etanol;
6.5.2.2.3. Se o filtrado apresentar turbidez visível, centrifugar por 15 minutos.

6.5.2.3. Solução amostra (3)

- 6.5.2.3.1. Transferir 1,0 g da amostra para um béquer e adicionar 25 mL de clorofórmio;

6.5.2.3.2. Aquecer até fervura e filtrar o conteúdo do béquer através de papel de filtro de retenção resistente ao clorofórmio;

6.5.2.3.3. Se o filtrado apresentar turbidez visível, centrifugar por 15 minutos.

6.5.3. Procedimento e resultado

6.5.3.1. Ajustar as condições do espectrofotômetro;

6.5.3.2. Utilizar os solventes respectivos como branco;

6.5.3.3. Determinar as absorbâncias das soluções amostra (1), (2) e (3) entre 350 nm e 750 nm: não é encontrado nenhum pico acima do nível de ruído com grau de inclinação maior que + 0,001 unidades de absorbância por nm.

6.6. Mercúrio

6.6.1. Equipamento

NOTA: antes do uso, lavar todas as vidrarias a serem utilizadas com ácido nítrico e enxaguar abundantemente com água.

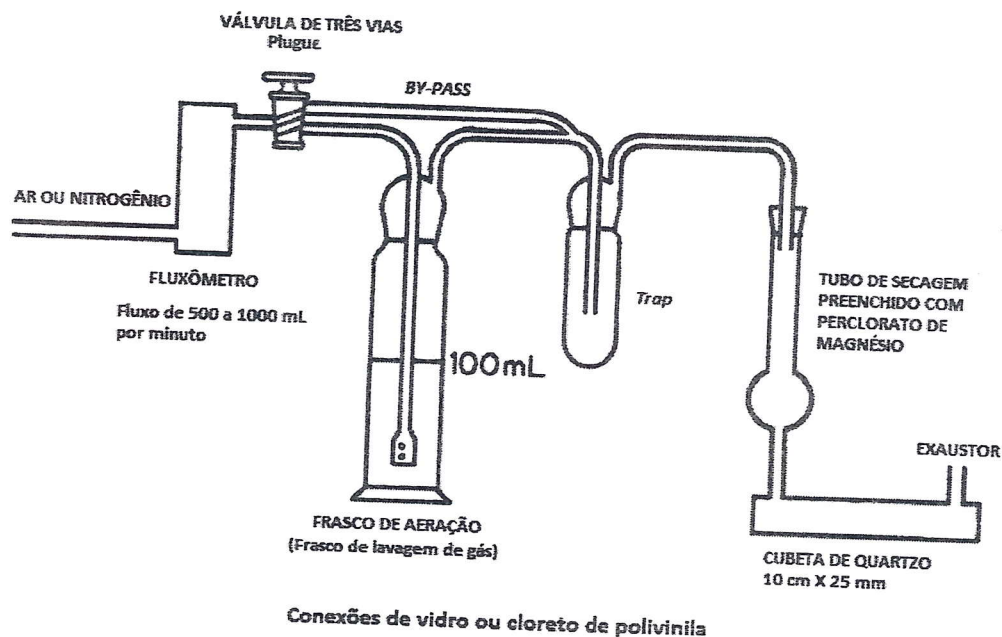
6.6.1.1. Instrumento de detecção do mercúrio

6.6.1.1.1. Espectrofotômetro de absorção atômica, equipado com um registrador de resposta rápida, capaz de medir a radiação absorvida pelos vapores de mercúrio na linha de ressonância do mercúrio de 253,6 nm.

6.6.1.2. Aparato de aeração

6.6.1.2.1. Consiste de um fluxômetro capaz de medir taxas de fluxo de 500 a 1000 mL por minuto, conectado através de uma válvula de três vias equipada com um plugue a um frasco de aeração (frasco de lavagem de gás de 250 mL), seguido de um sifão, um tubo de secagem preenchido com perclorato de magnésio que flui para uma cubeta de quartzo de 10 cm X 25 mm e termina em um exaustor (Figura 1).

Figura 1 – Aparato de aeração de mercúrio.



6.6.2. Preparo das soluções

6.6.2.1. Solução de permanganato de potássio

- 6.6.2.1.1. Transferir 5 g de permanganato de potássio para um balão volumétrico de 100 mL;
- 6.6.2.1.2. Dissolver e completar o volume com água.

6.6.2.2. Solução de cloridrato de hidroxilamina

- 6.6.2.2.1. Transferir 10 g de cloridrato de hidroxilamina para um balão volumétrico de 100 mL;
- 6.6.2.2.2. Dissolver e completar o volume com água.

6.6.2.3. Solução de cloreto estanoso

- 6.6.2.3.1. Transferir 10 g de cloreto estanoso para um recipiente adequado;
- 6.6.2.3.2. Dissolver em 20 mL de ácido clorídrico quente;
- 6.6.2.3.3. Adicionar 80 mL de água e agitar.

NOTA: utilizar a solução em até 1 semana.

6.6.2.4. Solução estoque de mercúrio

6.6.2.4.1. Transferir 135,4 mg de cloreto de mercúrio para balão volumétrico de 100 mL;

6.6.2.4.2. Diluir e completar o volume com ácido sulfúrico 1 N (cf = 1,354 mg/mL de cloreto de mercúrio equivalente a 1,0 mg/mL de mercúrio).

6.6.2.5. Solução padrão de mercúrio

6.6.2.5.1. Transferir 1,0 mL da Solução estoque de mercúrio para um balão volumétrico de 1000 mL;

6.6.2.5.2. Diluir e completar o volume com ácido sulfúrico 1 N (cf = 1,354 µg/mL de cloreto de mercúrio equivalente a 1,0 µg/mL de mercúrio).

NOTA: preparar esta solução no dia do uso.

6.6.2.6. Preparação padrão

6.6.2.6.1. Transferir 2,0 mL da Solução padrão de mercúrio para um béquer de 100 mL;

6.6.2.6.2. Adicionar 35 mL de água, 3 mL de ácido sulfúrico e 1 mL de solução de permanganato de potássio;

6.6.2.6.3. Cobrir o béquer com um vidro de relógio, ferver por alguns segundos e resfriar.

6.6.2.7. Preparação amostra

6.6.2.7.1. Transferir 0,67 g da amostra para um béquer de 100 mL;

6.6.2.7.2. Adicionar 35 mL de ácido clorídrico 0,5 N e aquecer até fervura;

6.6.2.7.3. Esperar esfriar e adicionar 2 gotas de fenolftaleína SI e, se necessário, neutralizar lentamente e sob agitação constante, utilizando hidróxido de sódio 1 N ou ácido sulfúrico 1 N;

6.6.2.7.4. Adicionar 3 mL de ácido sulfúrico e 1 mL de Solução de permanganato de potássio;

6.6.2.7.5. Cobrir o béquer com um vidro de relógio, ferver por alguns segundos e resfriar.

6.6.3. Procedimento

- 6.6.3.1. Montar o aparato de aeração com o frasco de aeração e o sifão vazios e o plugue da válvula na posição de passagem secundária (*by-pass*);
- 6.6.3.2. Conectar o aparato à célula de absorção e ajustar o fluxo de ar ou nitrogênio para que a máxima absorção e reprodutibilidade sejam alcançadas, sem que haja formação excessiva de espuma na solução amostra;
- 6.6.3.3. Obter uma linha base plana de leitura a 253,6 nm, operando conforme instruções do fabricante do equipamento;
- 6.6.3.4. Tratar as preparações padrão e amostra da mesma maneira, conforme descrito a seguir;
- 6.6.3.5. Eliminar o excesso de permanganato pela adição de Solução de cloridrato de hidroxilamina, gota-a-gota, até que a solução se torne incolor;
- 6.6.3.6. Lavar, imediatamente, a solução contida no frasco de aeração com água e diluir com o mesmo solvente para um volume de 100 mL;
- 6.6.3.7. Adicionar 2 mL de Solução de cloreto estanoso e reconectar, imediatamente, o frasco de aeração ao aparato;
- 6.6.3.8. Girar o plugue da válvula a partir da posição de passagem secundária (*by-pass*) para a posição de aeração e continuar a aeração até que o pico de absorção tenha sido registrado e que o registrador tenha retornado à linha de base;
- 6.6.3.9. Desconectar o frasco de aeração do aparato e lavar com água após uso;
- 6.6.3.10. Realizar um ensaio em branco e fazer as correções necessárias.

6.6.4. Resultado

- 6.6.4.1. Qualquer absorbância produzida pela Preparação amostra não excede a produzida pela Preparação padrão (3 µg/g).

6.7. Limite de arsênio

6.7.1. Aparato

- 6.7.1.1. Preparar um Kitassato de 300 mL contendo uma barra de agitação magnética em seu interior;

6.7.1.2. Anexar ao frasco uma rolha de vidro esmerilhada através da qual é passado um tubo de vidro de 20 cm de comprimento e 5 mm de diâmetro interno, estreitando-se para 1 mm na extremidade inferior do tubo;

6.7.1.3. A aproximadamente 15 mm a partir da ponta desse tubo e 3 mm abaixo da superfície mais baixa da rolha de vidro, há um orifício com diâmetro de 2,5 mm;

6.7.1.4. A extremidade superior do tubo tem uma superfície plana e forma um ângulo reto com o eixo do tubo;

6.7.1.5. Um segundo tubo de vidro com o mesmo diâmetro interno e 30 mm de comprimento, com uma superfície plana semelhante, é colocado em contato com a superfície plana do primeiro tubo e é mantido na posição por um grampo e molas;

6.7.1.6. Colocar cerca de 55 mg de algodão com acetato de chumbo no tubo inferior;

6.7.1.7. Colocar um disco de papel de brometo de mercúrio entre as superfícies planas.

6.7.2. Preparo das soluções

6.7.2.1. Solução de iodeto de potássio SR

6.7.2.1.1. Transferir 16,5 g de iodeto de potássio para balão volumétrico de 100 mL;

6.7.2.1.2. Dissolver, completar o volume com água e homogeneizar.

NOTA: armazenar em recipiente protegido da luz.

6.7.2.2. Solução de acetato de chumbo SR

6.7.2.2.1. Transferir 9,5 g de cristais transparentes límpidos de acetato de chumbo para balão volumétrico de 100 mL;

6.7.2.2.2. Dissolver, completar o volume com água recentemente fervida e homogeneizar.

NOTA: armazenar em recipientes bem fechados.

6.7.2.3. Algodão de acetato de chumbo

6.7.2.3.1. Mergulhar pedaços de algodão absorvente em uma mistura de acetato de chumbo SR e ácido acético 2 N (10 : 1);

6.7.2.3.2. Retirar o excesso de líquido dos pedaços de algodão e deixar secar ao ar.

6.7.2.4. Solução de boroidreto de sódio

6.7.2.4.1. Transferir 3 g de boroidreto de sódio para balão volumétrico de 100 mL;

6.7.2.4.2. Dissolver, completar o volume com hidróxido de sódio 0,25 N e homogeneizar.

NOTA: armazenar em recipiente coberto frouxamente, protegido da luz solar direta.

6.7.2.5. Solução de brometo mercúrico alcoólico SR

6.7.2.5.1. Transferir 5 g de brometo mercúrico para balão volumétrico de 100 mL;

6.7.2.5.2. Dissolver em etanol, sob leve aquecimento;

6.7.2.5.3. Completar o volume com etanol e homogeneizar.

NOTA: armazenar em recipiente de vidro, protegido da luz.

6.7.2.6. Papel de brometo mercúrico

6.7.2.6.1. Mergulhar alguns discos de papel de filtro de 15 mm de diâmetro em uma solução alcoólica de brometo mercúrio SR;

6.7.2.6.2. Remover os discos da solução e deixar secar protegido da luz.

NOTA: armazenar em frasco de vidro com tampa, protegido da luz.

6.7.2.7. Solução estoque de trióxido de arsênio

6.7.2.7.1. Transferir 132,0 mg de trióxido de arsênio para balão volumétrico de 100 mL;

6.7.2.7.2. Dissolver em 2,0 mL de hidróxido de sódio 2 N;

6.7.2.7.3. Diluir, completar o volume com água e homogeneizar (cf = 1,32 mg/mL de trióxido de Arsênio equivalente a 1,0 mg/mL de arsênio).

6.7.2.8. Solução padrão estoque

6.7.2.8.1. Transferir 1,0 mL da *Solução estoque de trióxido de arsênio* para balão volumétrico de 1000 mL;

6.7.2.8.2. Diluir, completar o volume com água e homogeneizar (cf = 1,32 µg/mL de trióxido de arsênio equivalente a 1,0 µg/mL de arsênio).

NOTA: preparar a solução no dia do uso.

6.7.2.9. Solução padrão

6.7.2.9.1. Transferir 1,5 mL da *Solução padrão estoque* para balão volumétrico de 10 mL;

6.7.2.9.2. Diluir, completar o volume com ácido clorídrico e homogeneizar (cf = 0,2 µg/mL de trióxido de arsênio equivalente a 1,5 µg/mL de arsênio).

6.7.2.10. Solução amostra

- 6.7.2.10.1. Transferir 0,5 g da amostra para balão volumétrico de 10 mL;
- 6.7.2.10.2. Dissolver em alguns mililitros de ácido clorídrico com auxílio de aquecimento;
- 6.7.2.10.3. Diluir, completar o volume com ácido clorídrico e homogeneizar.

6.7.3. Procedimento

- 6.7.3.1. Transferir, individualmente, as soluções amostra e padrão para os respectivos Kitassatos;
- 6.7.3.2. Montar os aparatos imediatamente e agitar enquanto se adiciona, lentamente, durante um período de cerca de 20 minutos, 40 mL de Solução de boroidreto de sódio;
- 6.7.3.3. Examinar as manchas produzidas nos papéis de brometo mercúrico pelas soluções amostra e padrão.

6.7.4. Critério de aceitação

- 6.7.4.1. A mancha produzida no papel de brometo mercúrico a partir da solução amostra não é mais intensa que aquela produzida a partir da solução padrão (3 $\mu\text{g/g}$).

6.8. Limite de chumbo**6.8.1. Preparo das soluções****6.8.1.1. Solução estoque de nitrato de chumbo**

- 6.8.1.1.1. Pesar 159,8 mg de nitrato de chumbo e transferir para um balão volumétrico de 100 mL;
- 6.8.1.1.2. Dissolver e completar o volume com ácido nítrico 0,5 M (cf = 1,598 mg/mL de nitrato de chumbo equivalente a 1,0 mg/mL de chumbo).

NOTA: a solução obtida deve ser conservada em recipientes de vidro, isentos de sais de chumbo solúveis.

6.8.1.2. Solução padrão estoque

6.8.1.2.1. Transferir 5,0 mL da Solução estoque de nitrato de chumbo para um balão volumétrico de 100 mL;

6.8.1.2.2. Adicionar 10 mL de ácido clorídrico 1 N e agitar;

6.8.1.2.3. Diluir, completar o volume com água e homogeneizar (cf = 0,08 mg/mL de nitrato de chumbo equivalente a 0,05 mg/mL de chumbo).

NOTA: preparar a solução no dia do uso.

6.8.1.3. Solução padrão

6.8.1.3.1. Transferir 1,0 mL da Solução padrão estoque para um balão volumétrico de 100 mL;

6.8.1.3.2. Adicionar 10 mL de ácido clorídrico 1 N e agitar;

6.8.1.3.3. diluir, completar o volume com água e homogeneizar (cf = 0,8 µg/mL de nitrato de chumbo equivalente a 0,5 µg/mL de chumbo).

6.8.1.4. Solução amostra

6.8.1.4.1. Transferir 2,5 g da amostra para um erlenmeyer de 100 mL com tampa de vidro;

6.8.1.4.2. Adicionar 35 mL de ácido clorídrico 0,1 N e agitar por 1 hora;

6.8.1.4.3. Filtrar, coletando o filtrado em um balão volumétrico de 50 mL;

6.8.1.4.4. Diluir, completar o volume com ácido clorídrico 0,1 N e homogeneizar.

6.8.2. Procedimento

6.8.2.1. Determinar as absorbâncias das soluções padrão e amostra na linha de emissão de chumbo de 217 nm, utilizando espectrofotômetro de absorção atômica equipado com uma lâmpada de catodo-oco de chumbo, um nebulizador e uma chama oxidante de ar-acetileno.

6.8.3. Critério de aceitação

6.8.3.1. Absorbância da Solução amostra não excede a da Solução padrão (0,001%).

6.9. TEOR**6.9.1. Preparo das soluções****6.9.1.1. Peróxido de hidrogênio SR**

6.9.1.1.1. Transferir cerca de 9,4 mL de peróxido de hidrogênio concentrado 29% (p/p) para um balão volumétrico de 100 mL;

6.9.1.1.2. Diluir e completar o volume com água.

6.9.1.2. Amido SI

6.9.1.2.1. Misturar 1 g de amido solúvel com 10 mg de iodeto de mercúrio vermelho e água fria suficiente para formar uma fina pasta;

6.9.1.2.2. Adicionar 200 mL de água fervente e ferver por 1 minuto com agitação contínua;

6.9.1.2.3. Esfriar e usar a solução límpida.

6.9.2. Procedimento

NOTA 1: levar à ignição cerca de 2 g da amostra a $800 \pm 25^\circ\text{C}$ até peso constante.

NOTA 2: o óxido férrico incinerado é higroscópico.

6.9.2.1. Pesar, com exatidão, cerca de 1,5 g da amostra e digerir em 25 mL de ácido clorídrico em banho-maria até dissolver;

6.9.2.2. Adicionar 10 mL de peróxido de hidrogênio SR e evaporar em banho-maria até quase seca para volatilizar todo o peróxido de hidrogênio;

6.9.2.3. Dissolver o resíduo em 5 mL de ácido clorídrico sob aquecimento;

6.9.2.4. Adicionar 25 mL de água, filtrar para um balão volumétrico de 250 mL lavando o filtro com água e completar o volume com o mesmo solvente;

6.9.2.5. Transferir uma alíquota de 50 mL para um erlenmeyer com tampa;

6.9.2.6. Adicionar 3 g de iodeto de potássio e 5 mL de ácido clorídrico;

6.9.2.7. Tampar o erlenmeyer e deixar em repouso por 15 minutos;

6.9.2.8. Adicionar 50 mL de água e titular o iodo liberado com tiosulfato de sódio 0,1 N,

6.9.2.9. Usando amido SI como indicador;

6.9.2.10. Realizar um ensaio em branco em paralelo e fazer as correções necessárias.

6.9.3. Cálculo

6.9.3.1. Cada mL de tiosulfato de sódio 0,1 N equivale a 7,985 mg de óxido férrico.

$$Teor (\%) = \frac{(V_A - V_B) \times f_c \times 7,985 \times 100 \times 5}{Te \times \left(\frac{100 - I}{100} \right)}$$

Onde:

V_A : volume de tiosulfato de sódio 0,1 N SV gasto na titulação da amostra, em mL;

V_B : volume de tiosulfato de sódio 0,1 N SV gasto na titulação do branco, em mL;

f_c : fator de correção do tiosulfato de sódio 0,1 N SV;

7,985 : equivalente do óxido férrico;

Te : massa pesada da amostra, em mg;

I : valor da perda por ignição, em porcentagem;

$\left(\frac{100 - I}{100} \right)$: fator para conversão em substância incinerada

6.9.3.2. Critério de aceitação: Entre 97,0% e 100,5% calculado em relação à substância incinerada.

7. FREQUÊNCIA

7.1 De acordo com a necessidade de análise do produto.