

Determinação de Hg em sedimento em suspensão por CV-GF AAS usando múltiplas retenções no tubo de grafite tratado com Au

Daiane P. Torres (IC)*, Mariana A. Vieira (PG), Anderson S. Ribeiro (PQ) e Adilson J. Curtius (PQ)
*daiane@qmc.ufsc.br

Universidade Federal de Santa Catarina - Departamento de Química - 88040-900 – Florianópolis - SC - Brasil.

Palavras Chave: Mercúrio, múltiplas retenções, CV-GF AAS

Introdução

A busca por resultados confiáveis para elementos traço em amostras diversas tem despertado grande interesse dos pesquisadores no desenvolvimento de métodos analíticos sensíveis e precisos. A técnica de geração de hidretos (HG) e de vapor frio (CV), combinada com a retenção do analito no tubo de grafite tratado com modificador permanente, seguido da sua determinação por espectrometria de absorção atômica (GF AAS), apresenta uma alta eficiência de retenção para um grupo de elementos, permitindo a pré-concentração do analito no tubo de grafite. Desta forma, é possível obter-se excelentes limites de detecção, evitando-se também as interferências cinéticas na formação do hidreto ou do vapor frio (1).

A geração química de vapor (CVG) diretamente de alíquotas de amostras preparadas na forma de suspensão tem se apresentado como uma alternativa simples e eficaz, pois evita que se utilizem os tratamentos intensivos e tediosos para o preparo das amostras sem perda do analito ou contaminação da amostra (2).

Neste trabalho, é apresentado um estudo para verificar o ganho de sensibilidade nas medidas, usando-se múltiplas retenções no tubo de grafite, na determinação de Hg em suspensão de sedimento por CV-GF AAS, usando-se Au como modificador permanente.

Resultados e Discussão

A suspensão do sedimento foi preparada pela mistura da amostras moída ($\phi = 50 \mu\text{m}$) com 2,5 mL de HNO_3 concentrado bi-destilado. Após a mistura, a suspensão foi colocada em banho ultra-sônico por 30 min. O volume final de 50 mL foi completado com água deionizada. Desta forma, a concentração final de HNO_3 na suspensão ficou em torno de 5% v/v. Para o sistema de geração química de vapor, o agente redutor utilizado foi o NaBH_4 a 3% m/v estabilizado em NaOH a 1% m/v. Como modificador permanente no tubo de grafite foi usado Au. Área de pico foi utilizada nas medidas. O programa de temperatura do forno de grafite foi otimizado, utilizando a suspensão de sedimento marinho PACS-2. As temperaturas de retenção e de atomização otimizadas foram 100°C e 900°C , respectivamente.

Foram construídas três curvas de calibração para verificar o ganho de sensibilidade utilizando as múltiplas retenções. Na curva (A) foram realizadas cinco etapas de retenção de 1 mL de amostra ($Y = 0,0644 X$; $R = 0,999$). Na curva (B) foi realizada uma única etapa de retenção utilizando 5 mL de amostra ($Y = 0,0583 X$; $R = 0,998$) e na curva (C), uma única etapa de retenção de 1 mL ($Y = 0,0165 X$; $R = 0,999$). Os resultados obtidos deste estudo mostram um ganho na sensibilidade, que resultou na melhoria do limite de detecção (LD) por um fator de aproximadamente 4 vezes utilizando-se as múltiplas retenções (curva A), em comparação com o procedimento, que envolve apenas uma retenção (curva C). As determinações das concentrações de Hg em quatro amostras de sedimentos com concentrações certificadas foram realizadas utilizando-se as três curvas de calibração. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Concentrações de Hg obtidas, em $\mu\text{g g}^{-1}$, nas amostras de sedimento em suspensão por CV-GF AAS.

Amostra	Valor certificado	Valor encontrado		
		Curva A	Curva B	Curva C
PACS-2	$3,04 \pm 0,20$	$3,02 \pm 0,09$	$2,98 \pm 0,12$	$3,21 \pm 0,07$
MESS-3	$0,092 \pm 0,009$	$0,089 \pm 0,005$	$0,075 \pm 0,008$	< LD
RS-3	$10,34 \pm 0,14$	$10,41 \pm 0,35$	$9,91 \pm 0,29$	$10,15 \pm 0,22$
SRM 2704	$1,47 \pm 0,07$	$1,43 \pm 0,04$	$1,33 \pm 0,09$	$1,29 \pm 0,13$

Conclusões

As múltiplas retenções no tubo de grafite propiciaram uma melhoria significativa no LD para o Hg, quando comparado ao LD obtido pelo método convencional (CV AAS, sem retenção). Para ambas as curvas A e B, o LD foi de $0,05 \mu\text{g L}^{-1}$ enquanto que para a curva C, o LD foi de $0,2 \mu\text{g L}^{-1}$. A metodologia desenvolvida é bastante simples, produzindo resultados exatos e precisos. Os desvios padrão relativos foram <10% para as amostras.

Agradecimentos

CNPq, UFSC

¹ Vieira M. A.; Ribeiro A. S. e Curtius A. J.; Revista Analítica, **2004**, 9,30.

² Vieira M. A., Curtius A. J. e Welz B., *Spectrochim. Acta Part B* **57**. **2002**, 57, 2057.