

# Estudo de modificadores químicos visando à determinação de Cd e Pb em cimentos por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica e amostragem direta de sólido

Danielle Polidório Intima (PG)\*, Cassiana Seimi Nomura (PG), Pedro Vitoriano Oliveira (PQ)

[danielle.polidorio@gmail.com](mailto:danielle.polidorio@gmail.com)

Palavras Chave: absorção atômica, análise direta, cimento, cádmio, chumbo

## Introdução

A grande maioria das técnicas analíticas, utilizadas para determinações elementares em materiais inorgânicos, requer que a amostra esteja na forma de solução. Porém, grande parte dos materiais inorgânicos requer procedimentos drásticos para a sua dissolução. Nessa situação, a possibilidade de se analisar as amostras diretamente ou com o mínimo de tratamento prévio é uma boa alternativa.

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a utilização de diferentes modificadores visando à determinação direta de baixas concentrações de Cd e Pb em cimentos por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica e amostragem direta de sólidos (SS-ETAAS).

## Resultados e Discussão

Os estudos foram realizados em um espectrômetro de absorção atômica com forno de grafite, equipado com amostrador manual de sólidos e lâmpadas de catodo oco de Cd ( $\lambda=228,8$  nm,  $i=4,0$  mA) e de Pb ( $\lambda=283,0$  nm,  $i=4,0$  mA). Como a amostra foi inserida no tubo de grafite na forma sólida, sem qualquer tipo de pré-tratamento prévio, as temperaturas de pirólise e atomização, bem como os tempos de duração dessas etapas, foram cuidadosamente otimizadas.

Os modificadores químicos avaliados foram: 10  $\mu\text{g}$  de Pd, 10  $\mu\text{g}$  de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  em 0,5% m/v de Triton X-100, e o modificador químico permanente de 250  $\mu\text{g}$  Rh + 200  $\mu\text{g}$  W. Toda a otimização foi efetuada em meio da solução aquosa e em meio da amostra, uma vez que, tinha-se como objetivo, encontrar uma condição que permitisse analisar o cimento sólido utilizando a curva analítica de calibração construída com solução aquosa. As condições otimizadas estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1: Temperaturas de pirólise ( $T_p$ ) e atomização ( $T_a$ ) na presença de diferentes modificadores químicos para a determinação de Cd e Pb por SS-ETAAS.

Modificador Químico	Cd		Pb	
	$T_p$ (°C)	$T_a$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_a$ (°C)
Pd	400	2000	900	2100
$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	500	2000	800	2100
W + Rh	600	2000	700	2100

Aplicando as condições otimizadas, foram construídas curvas analíticas de calibração com solução aquosa e com o material sólido. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Equação da reta das curvas analíticas de calibração.

	Cd	
	Calibração aquosa	Calibração sólida
Pd	$y = 0,000209 x$ $R^2 = 0,9997$	$y = 0,000244 x$ $R^2 = 0,9997$
$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	$y = 0,00259 x$ $R^2 = 0,9964$	$y = 0,00238 x$ $R^2 = 0,9989$
W+Rh	$y = 0,00289 x$ $R^2 = 0,9997$	$y = 0,00171 x$ $R^2 = 0,9964$
	Pb	
	Calibração aquosa	Calibração sólida
Pd	$y = 0,00020 x$ $R^2 = 0,9998$	$y = 0,00018 x$ $R^2 = 0,9998$
$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	$y = 0,00020 x$ $R^2 = 0,9981$	$y = 0,00015 x$ $R^2 = 0,9971$
W+Rh	$y = 0,00025 x$ $R^2 = 0,9997$	$y = 0,00014 x$ $R^2 = 0,9987$

Embora o modificador químico W+Rh tenha apresentado as melhores condições de  $T_p$  e  $T_a$  para a determinação do Cd (Tabela 1), as inclinações das curvas de calibração construídas com solução aquosa e com o sólido são muito diferentes. O mesmo fato aconteceu para o Pb, indicando que a utilização da calibração aquosa para a análise direta de cimento é inviável.

Os modificadores químicos em solução apresentaram melhores resultados do que aqueles observados para o W+Rh, provavelmente devido à melhor interação desses modificadores químicos com o analito. Comparando os coeficientes angulares apresentados na Tabela 2, pode-se inferir que os modificadores químicos de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  e Pd e apresentaram os melhores resultados para a determinação do Cd e Pb, respectivamente.

## Conclusões

O método de análise proposto para a determinação direta de Cd e Pb por SS-ETAAS é simples, rápido e conveniente para ser aplicado em amostras de difícil dissolução como o cimento. O presente estudo mostrou que a escolha do modificador químico é determinante para tornar possível a utilização da calibração aquosa para a análise direta de sólido. O  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  e Pd

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

mostraram ser os mais indicados para a determinação direta de Cd e Pb em cimento por SS-ETAAS.

## **Agradecimentos**

FAPESP, CNPq e IQ/USP

<sup>1</sup> E.C. Lima, F.J. Krug, K.W. Jackson; *Spectrochimica Acta Part B* 53 (1998) 1791-1804.