Avaliação de TI como padrão interno para a determinação de Cd e Pb em suspensões de cimento por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite

Alexandre Luiz de Souza (PG)^{1,*}, Paulo R.M Correia (PQ)², Pedro V. Oliveira (PQ)¹
*alexquim@iq.usp.br

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P.26077, CEP 05513-970, São Paulo.

²Escola de Artes, Ciências e Humanidades, Universidade de São Paulo, Av Arlindo Bettio 1000, 03828-000, São Paulo, SP.

Palavras Chave: absorção atômica, padrão interno, tálio, cimento

Introdução

A necessidade de se estabelecer condições compromissadas nas análises por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica e detecção simultânea (SIMAAS) pode conduzir a resultados com precisão e exatidão insatisfatórios. Nesses casos, o uso de padrão interno (PI) é fortemente recomendado com o objetivo de melhorar a precisão e a exatidão dos resultados analíticos¹⁻³. Análises a partir de amostragem de suspensões nunca foram exploradas em SIMAAS. Por outro lado, esse tipo de amostragem também pode introduzir erros inerentes ao processo de amostragem e a homogeneidade da amostra. Portanto, explorar o uso de padrão interno em determinações elementares simultâneas com amostragem de suspensão é uma aplicação de interesse em química analítica.

Experimentos preliminares mostraram que íons tálio adsorvem sobre as partículas de cimento. Diante desse fato, os erros associados à amostragem de suspensões poderiam ser corrigidos usando o tálio como padrão interno. Sendo assim, nesse trabalho é proposto um estudo para avaliar a influência da acidez e massa da amostra na adsorção de tálio.

Para avaliar a influência da acidez foi preparada uma suspensão de 40 mg de cimento, contendo 30 µg/L de tálio em 0; 0,1; 0,25; 0,5 ; 0,75 e 1% v/v de HNO₃. O volume final da solução foi 5 mL.

Para avaliar a capacidade adsorviva de tálio sobre as partículas de cimento, foram preparadas suspensões de 40 mg de amostra em 0,1 % v/v HNO₃, contendo 10, 20, 30, 40 e 50 µg/L de tálio.

Para avaliar a influência da massa de amostra foram preparadas suspensões contendo 10, 20, 30 e 40 mg de cimento, contendo 30 µg/L e 50 µg/L de tálio em 0,1 % v/v de HNO₃.

Resultados e Discussão

O estudo da acidez mostrou que para uma concentração de HNO₃ menor do que 0,5 % v/v não ocorreu extração de Cd e Pb. Em contra partida, nesse mesmo intervalo de concentração ácida observou adsorção quantitativa do tálio sobre as partículas da suspensão.

29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Em concentração ácida acima de 0,5 %v/v de HNO₃ a adsorção do tálio diminuiu progressivamente enquanto que a extração de Cd e Pb aumentou.

Fixando-se a massa de amostra em 40 mg e a concentração de HNO₃ em 0,1%v/v observou adsorção quantitativa de tálio para todas as concentrações estudadas.

Dessa forma, fixou-se as concentrações de 30 e 50 µg/L para avaliar a influência da massa de amostra. Nesse estudo constatou que as melhores massas para a preparação da suspensão foram 20 e 30 mg. As suspensões preparadas com 10 mg de amostra apresentaram resultados imprecisos e inexatos.

Conclusões

Algumas hipóteses que devem ser consideradas para assegurar a eficiência do tálio como padrão interno, na determinação de Cd e Pb em cimento, são: (1) a não extração do analito para a solução e (2) que o tálio adsorva quantitativamente às partículas sólidas da suspensão. Nesse sentido, concluiu-se que as melhores condições seriam: concentração ácida de 0,1 %v/v de HNO₃, massa de amostra entre 20 e 30 mg para preparar a suspensão e concentração de tálio de 30 µg/L.

Agradecimentos

CNPq, FAPESP

¹ Correia, P.R.M.; Oliveira, P.V.; *J. Anal. At. Spectrom.* **2004**, *19*, 917.

²Correia, P.R.M.; Oliveira, P.V.; *Quim. Nova* **2004**, *28*, 539.

³Correia, P.R.M.; Oliveira, P.V.; *Talanta* **2005**, *67*, 46.