

Determinação de chumbo em sedimento utilizando amostragem de suspensão, energia ultra-sônica e GF AAS

Aline Soriano Lopes (PG), Marco Aurélio Zezzi Arruda (PQ)*. *e-mail: zezzi@iqm.unicamp.br

Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Caixa Postal 6154, CEP 13084-862, Campinas - SP - Brasil

Palavras Chave: suspensão, sedimento, chumbo, GF AAS

Introdução

A amostragem de suspensão aliada à extração utilizando energia ultra-sônica apresenta-se como uma alternativa aos métodos de decomposição tradicionais de amostra visando à determinação de íons metálicos¹. Como vantagens da amostragem de suspensão pode-se citar o menor tempo de análise, a menor perda de elementos voláteis, a segurança de operação e a utilização de menor quantidade amostra². Entre os íons metálicos, o chumbo vem sendo rotineiramente estudado na química ambiental devido a sua elevada toxicidade e a sua presença nas águas, nos sedimentos e no solo³. O presente trabalho apresenta a otimização de parâmetros importantes na determinação de chumbo em suspensão de sedimento, utilizando a energia ultra-sônica para auxiliar na extração do analito, e posterior determinação por GF AAS.

Resultados e Discussão

Após a pesagem da amostra (*River Sediment* BCR 320) foram adicionados 30 mL do diluente. A suspensão foi sonicada, transferida para um balão volumétrico de 100 mL e aferida com o mesmo diluente. Anteriormente a sua introdução no forno de grafite, a amostra foi homogeneizada. A otimização de algumas variáveis está apresentada na tabela e figuras abaixo.

Tabela 1. Avaliação de diferentes diluentes na recuperação de chumbo em suspensão de sedimento de rio

Diluentes	Recup. (%)
HNO ₃ 5%(v/v)	69 ± 3
HNO ₃ 5%(v/v) + HF 1%(v/v)	80 ± 2
HNO ₃ 5%(v/v) + HF 2%(v/v)	81 ± 3
HNO ₃ 5%(v/v) + Triton® X-100 0,1%(v/v)	77 ± 11
HNO ₃ 5%(v/v) + Triton® X-114 0,1%(v/v)	92 ± 26
HNO ₃ 5%(v/v) + HCl 1%(v/v)	69 ± 2
HNO ₃ 5%(v/v)+HCl 3%(v/v)+HF 1%(v/v)	72 ± 6

A mistura HNO₃ + Triton® X-100 foi utilizada como diluente. A concentração do ácido bem como a do agente estabilizante foram posteriormente otimizadas em Triton® X-100 0,02% (v/v) e HNO₃ 7% (v/v). A

massa de amostra e o tempo de sonicação também foram avaliados (Figuras 1 e 2).

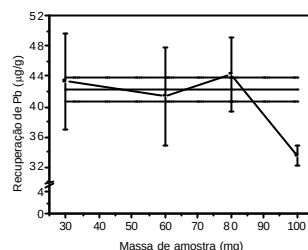


Figura 1. Avaliação da massa de amostra.

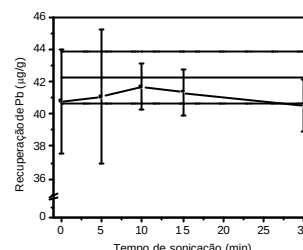


Figura 2. Avaliação do tempo de sonicação.

A metodologia, depois de otimizada, foi aplicada a outras matrizes de amostras de sedimento (Tabela 2).

Tabela 2. Aplicação para várias matrizes de sedimento. N = 3

Amostras	Conc. real (mg/g)	Conc. obtida (mg/g)
Lake IAEA SL-1	37,7 ± 7,4	44 ± 1
Estuarine NIST 1646 ^a	11,7 ± 1,2	13 ± 1
Marine NRCC MESS-3	21,1 ± 0,7	21,6 ± 0,3
River BCR 320	42,3 ± 1,6	42 ± 1

Entre os parâmetros analíticos foram calculados o limite de detecção (0,20 µg g⁻¹), o limite de quantificação (0,66 µg g⁻¹), a massa representativa (33,6 mg), a massa efetiva (12,1 µg) e a contribuição da fase líquida (56 ± 1%).

Conclusões

A metodologia foi aplicada com sucesso para diferentes matrizes de amostras de sedimento (rio, estuário, lago e marinho) utilizando calibração externa com padrões. Foram obtidos ótimos parâmetros analíticos e o desvio padrão relativo foi menor que 8%.

Agradecimentos



¹ Oliveira, E. J. *Braz. Chem. Soc.* **2003**, 14, 174.

² Magalhães, C. E. C.; Arruda, M. A. Z. *Quim. Nova* **1998**, 21, 459.

³ Cotta, J. A. O.; Rezende, M. O. O.; Piovani, M. R. *Quim. Nova* **2006**, 29, 40.