

Uso de gráficos de correlação para a escolha de modificador químico na determinação simultânea de Cd e Pb em suspensões, usando o TI como padrão interno por espectrometria de absorção atômica e detecção simultânea

Alexandre Luiz de Souza* (PG), Pedro Vitoriano Oliveira (PQ)¹, Paulo R.M Correia (PQ)²

*alexquim@iq.usp.br

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

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

Palavras Chave: absorção atômica, modificador químico, determinação simultânea, gráficos de correlação

Introdução

O emprego das condições compromissadas e as interferências de matriz podem, em alguns casos, comprometer a repetibilidade e a reprodutibilidade dos resultados em espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica e detecção simultânea (SIMAAS). O uso de padrão interno (PI) tem sido proposto como uma alternativa para minimizar os danos causados, melhorando a precisão e/ou exatidão das medidas analíticas¹⁻³.

Os gráficos de correlação foram utilizados como uma estratégia para a escolha de PI em SIMAAS¹⁻³. Nesse trabalho, o objetivo é mostrar que, uma vez escolhido o PI, os gráficos de correlação também podem ser utilizados para a escolha do modificador químico. O caso abordado visa a escolha do modificador químico para a determinação de Cd e Pb em suspensões de sedimento e cimentos por SIMAAS, usando TI como padrão interno.

Suspensões de cimento civil (30mg/10ml) e material de referência certificado de sedimento marinho MESS-1 (30mg/50ml) foram preparadas em 30 µg L⁻¹ de TI⁺ e 0,025% m/v de Triton X100. Sob condições de aquecimento otimizadas foram obtidas 20 medidas consecutivas de absorbância em presença dos modificadores: (1) 25 µg NH₄H₂PO₄; (2) 25µg NH₄H₂PO₄ + 5 µg Pd; (3) 5 µg Pd; (4) 5 µg Pd + 3 µg Mg.; e (5) 25 µg NH₄H₂PO₄ + 5 µg Pd + 3 µg Mg.

Resultados e Discussão

Os gráficos de correlação foram construídos a partir dos sinais de absorbância normalizados para o PI em função dos sinais de absorbância normalizados para o analito³. Os valores obtidos da regressão linear dos gráficos de correlação são utilizados como parâmetros para comparar a semelhança entre o comportamento do PI e do analito para um dado modificador químico (Tabela 1). Idealmente, o coeficiente de correlação (r) deve assumir valor igual a 1. As variações das intensidades observadas entre os sinais do analito e PI devem ser proporcionais e, caso

30^o Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

isso se verifique, o coeficiente angular (b) do gráfico de correlação será igual a 1. O coeficiente linear (a) indica a existência de erro sistemático ao se utilizar o padrão interno, fato que somente é confirmado quando o valor obtido for estatisticamente diferente de zero.

Tabela 1. Parâmetros da regressão linear dos gráficos de correlação (y= a + bx) para Cd e Pb, em suspensão de cimento civil, com os diferentes modificadores (MQ).

| | MQ | a | b | r |
|----|----|--------------|---------------|-------------|
| Cd | 1 | 0,93 ± 0,13 | -0,12 ± 0,09 | -0,3 ± 0,07 |
| | 2 | 0,67 ± 0,30 | 0,29 ± 0,30 | 0,22 ± 0,05 |
| | 3 | 1,06 ± 0,02 | 0,018 ± 0,017 | 0,24 ± 0,03 |
| | 4 | 0,09 ± 0,15 | 0,97 ± 0,14 | 0,85 ± 0,05 |
| | 5 | -0,16 ± 0,22 | 1,13 ± 0,2 | 0,80 ± 0,05 |
| Pb | 1 | 0,38 ± 0,09 | 0,49 ± 0,12 | 0,68 ± 0,05 |
| | 2 | 0,30 ± 0,23 | 0,76 ± 0,23 | 0,60 ± 0,04 |
| | 3 | 1,05 ± 0,02 | 0,02 ± 0,01 | 0,34 ± 0,03 |
| | 4 | -0,14 ± 0,18 | 1,18 ± 0,16 | 0,86 ± 0,06 |
| | 5 | 0,58 ± 0,15 | 0,47 ± 0,14 | 0,63 ± 0,04 |

Os parâmetros obtidos pela regressão linear indicam que a mistura 5 µg Pd + 3 µg Mg é o melhor modificador químico. Comportamento semelhante foi observado nas suspensões das outras amostras. As determinações de Cd e Pb na suspensão das amostras utilizando o método proposto com o modificador 5 µg Pd + 3 µg Mg, apresentaram recuperações que variaram de 90 a 115% para Cd e entre 90 a 110% para Pb.

Conclusões

Os resultados mostram que os gráficos de correlação podem ser utilizados como uma estratégia para a escolha do melhor modificador químico nas determinações de Cd e Pb em suspensões desses materiais usando o TI como padrão interno.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq e IQ/USP

1. Correia, P. R.M., Oliveira, P. V.; *Quim. Nova*, **2005**, 3, 539 - 543;

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

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