

Determinação direta de Cu, Cd, Ni e Pb em substâncias húmicas aquáticas por espectrometria de absorção atômica em forno de grafite

Danielle Goveia^{1,2} (PG), Adriana Paiva de Oliveira^{3*} (PQ), Fabiana Aparecida Lobo^{1,2} (PG), André Henrique Rosa¹ (PQ), Ricardo Dalla Villa³ (PQ) *dri_poliv@yahoo.com.br

¹Depto. de Engenharia Ambiental; ²Instituto de Química de Araraquara, Universidade Estadual Paulista; ³Instituto de Ciências Exatas e da Terra, Depto. de Química, Universidade Federal de Mato Grosso.

Palavras Chave: metais, GFAAS, substâncias húmicas aquáticas.

Introdução

As substâncias húmicas (SH) exercem grande influência no comportamento de metais em ambientes aquáticos. Nestes ambientes, os íons metálicos e as substâncias húmicas aquáticas (SHA) apresentam variadas ligações e os metais podem se distribuir em complexas trocas entre solução e fase sólida¹⁻³. Técnicas analíticas têm sido utilizadas para a determinação de metais em águas naturais ricas em SH, porém a maioria utiliza procedimentos de preparo de amostras. Em análises de elementos-traço, existe uma grande preocupação com relação a estes procedimentos, pois devido às baixas concentrações das espécies de interesse, a adição de reagentes pode ser uma fonte de contaminação, além de contribuir para a diluição da amostra⁴⁻⁶. Com isso em vista, o objetivo deste trabalho foi desenvolvimento de um método para a determinação direta de Cd, Cu, Ni e Pb em SHA por espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GFAAS).

Resultados e Discussão

Para a otimização do método foram avaliados os seguintes parâmetros: comportamento eletrotérmico dos analitos por meio das curvas de pirólise e de atomização, na presença (Pd(NO₃)₂ + Mg(NO₃)₂ e W/Rh) e ausência de modificador químico, pH e concentração de SHA (mg L⁻¹) na amostra. A Tabela 1 apresenta as condições experimentais.

Tabela 1. Condições experimentais utilizadas nas determinações de Cd, Cu, Ni e Pb em SHA por GFAAS.

Analito	Tp (°C)	Ta (°C)	Modificador	pH	[SHA], mg L ⁻¹
Cd	850	2400	Pd+ Mg	5,5	60,0
Cu	800	2400	Pd + Mg	5,5	60,0
Ni	800	2450	Pd+ Mg	5,5	60,0
Pb	800	2400	Pd + Mg	5,5	60,0

A concentração de SHA de 60 mg L⁻¹ é igual à inicialmente obtida após a extração e isolamento em águas naturais, e o valor de pH igual a 5,5 é normalmente encontrado em águas naturais ricas em substâncias húmicas⁷. Portanto, a escolha destes parâmetros para o desenvolvimento do método diminuiu as etapas de preparo, bem como o número de diluições, o que tornou o método mais simples e rápido.

Curvas analíticas utilizando o método de adição padrão na faixa de 10,0 – 50,0 µg L⁻¹ Cu, Cd, Ni e Pb foram construídas e apresentaram boa linearidade. Os limites de detecção e de quantificação foram os seguintes: Cu: 1,8 µg L⁻¹ e 5,9 µg L⁻¹; Cd: 1,3 µg L⁻¹ e 4,3 µg L⁻¹; Pb: 1,6 µg L⁻¹ e 5,3 µg L⁻¹ e Ni: 2,2 µg L⁻¹ e 7,3 µg L⁻¹.

As determinações foram feitas em amostras coletadas em afluentes do Rio Itapanhaú e Ribeira do Iguape no município de Bertioga – SP e as concentrações das espécies metálicas foram: Cu: 24,5 µg L⁻¹ e 22,8 µg L⁻¹; Cd: 28,8 µg L⁻¹ e 30,2 µg L⁻¹; Pb: 34,0 µg L⁻¹ e 28,7 µg L⁻¹; Ni: 21,7 µg L⁻¹ e 19,1 µg L⁻¹. Para avaliar a precisão do método foram realizados testes de adição e recuperação dos analitos e as porcentagens de recuperação variaram na faixa de 85 a 110%. Todas as determinações foram feitas em triplicata (n=3), obtendo-se desvios médios inferiores a 10%.

Conclusões

A determinação direta de Cd, Cu, Ni e Pb em SHA por GFAAS mostrou-se um método eficiente na diminuição do tempo de análise, no consumo de reagentes químicos e amostras e no risco de contaminações causadas por etapas sucessivas de manipulação da amostra.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES e FUNDUNESP.

¹Stevenson, F.J.; *Húmus chemistry: gênese, composition and reaction*. New York, John Wiley & Sons, **1994**.

²Rocha, J.C.; Rosa, A.H.; In: *Substâncias húmicas aquáticas: interações com espécies metálicas*. Editora UNESP: São Paulo, **2003**. 120p.

³ Rosa, A. H.; Goveia, D.; Bellin, I. C.; Dias-filho, N. L.; Padilha, P. M. *Anal and Bioanal Chem.* **2006**, *386*, 2153.

⁴Benoit, G.; Hunter, K. S.; Rozan, T. F.; *Anal. Chem.* **1997**, *69*, 1006.

⁵ Florian, D.; Knapp, G.; *Anal. Chem.* **2001**, *73*, 1515.

⁶Krug, F. J. (Ed.) **Métodos de Preparo de Amostras – Fundamentos sobre o preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar.** In: *Workshop sobre Preparo de Amostras*, **6**, **2006**, Santa Maria. 282 p.

⁷Aiken, G. R., McKnight, D. M., Wershaw, R., MacCarthy P. (Eds.), in: *Humic substances in soil, sediment and water*, Wiley & Sons, New York, **1985**.