

Emprego de papel de filtro impregnado com Cd e Pb como material calibrante para SS GF AAS

Patrícia S. M. Barbosa (PG)^{1*}, Danielle P. Intima (PG)¹, Cassiana S. Nomura (PQ)²,
Pedro Vitoriano Oliveira (PQ)¹

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

²Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, CEP 09210-170, Santo André, SP, Brasil

*patricia_smb@yahoo.com

Palavras Chave: absorção atômica, análise direta, material calibrante, cádmio, chumbo

Introdução

Em análises diretas de sólidos por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS) a calibração é crítica, pois a forma na qual o analito se encontra na amostra sólida determina a temperatura de pirólise e os processos de atomização¹. A maneira mais simples, barata e atrativa para calibrar um equipamento é o uso de soluções analíticas de referência. Entretanto, a principal dificuldade encontrada no uso de soluções de referência para a análise de materiais sólidos está relacionada à interferência causada pela matriz no processo de vaporização/atomização¹, uma vez que, os mecanismos de atomização na presença da matriz podem ser diferentes daqueles observados para as soluções. Nesse contexto, o objetivo do presente trabalho foi avaliar a viabilidade de utilizar papel de filtro impregnado com Cd e Pb como material calibrante para espectrometria de absorção atômica com forno de grafite e amostragem direta de sólidos (SS GF AAS).

Resultados e Discussão

O papel de filtro foi utilizado como matriz de referência para determinação de Cd e Pb em materiais com matriz a base de celulose. Os materiais de referência foram preparados por meio da impregnação de cinco folhas do papel de filtro (Whatman 542, 125 mm de diâmetro) com soluções analíticas de referência, em quatro diferentes concentrações desses elementos e moídos por moagem criogênica. A concentração real de Cd e Pb em cada papel foi determinada por GF AAS, após digestão, com mistura oxidante, de massas de aproximadamente 200 mg de cada papel moído.

Para que estes papéis pudessem ser utilizados como material calibrante, foi avaliada a homogeneidade por meio da análise de 12 replicatas de cada material de referência por SS GF AAS, com o modificador químico (5 µg Pd + 3 µg Mg) coinjetado. Os programas de aquecimento utilizados para Cd e Pb foram previamente otimizados em meio da mesma amostra.

Os resultados obtidos, por meio do cálculo da constante de homogeneidade de Kurfürst (H_E)¹, 31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

mostraram que os papéis, para Cd, apresentam fator de homogeneidade entre $2,40 \pm 0,98$ e $2,76 \pm 1,28$ para massas de aproximadamente 160 µg e para Pb, entre $2,86 \pm 1,33$ e $3,76 \pm 1,79$ para massas de aproximadamente 150 µg, desta forma, são considerados homogêneos ($H_E < 10$).

Uma vez determinada a homogeneidade para Cd e Pb e a concentração real desses elementos em cada papel de referência, estes foram utilizados para construção de curvas analíticas de calibração com massas crescentes (curva de calibração 1) de um mesmo papel contendo $0,21 \pm 0,01 \mu\text{g g}^{-1}$ de Cd e $1,64 \pm 0,15 \mu\text{g g}^{-1}$ de Pb ou com massas similares de papéis de referência em diferentes concentrações de Cd e Pb (curva de calibração 2). Foram obtidas curvas analíticas concordantes em termos dos coeficientes angulares e de correlação.

Para avaliação da exatidão, foram analisados os seguintes materiais de referência certificados: SRM 1515 (*apple leaves*), SRM 1547 (*peach leaves*) e NIES 10a (*bush branches and leaves*). Os resultados obtidos (Tabela 1) concordaram em 95 % no limite de confiança (teste *t Student*) com os valores certificados.

Tabela 1. Análise dos materiais certificados na determinação de Cd e Pb por SS GF AAS

Cd ($\mu\text{g g}^{-1}$)			
CRM	Certificado	Curva de calibração 1	Curva de calibração 2
NIES 10a	$0,023 \pm 0,003$	$0,020 \pm 0,004$	$0,021 \pm 0,002$
SRM 1547	$0,026 \pm 0,003$	$0,023 \pm 0,010$	$0,023 \pm 0,002$
Pb ($\mu\text{g g}^{-1}$)			
CRM	Certificado	Curva de calibração 1	Curva de calibração 2
SRM 1515	$0,470 \pm 0,024$	$0,44 \pm 0,10$	$0,43 \pm 0,03$
SRM 1547	$0,87 \pm 0,03$	$0,82 \pm 0,18$	$0,81 \pm 0,08$

Conclusões

A utilização dos papéis de referência propostos para calibração para SS GF AAS mostrou ser uma alternativa viável para determinação de Cd e Pb em materiais com matriz a base de celulose, uma vez que, estes podem ser considerados homogêneos, requisito importante para que a amostra sólida possa ser utilizada como material calibrante.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES e IQ/USP

¹ Kurfüst, U.; *Solid Sample Analysis*, Springer-Verlag, Berlin-Heidelber, Germany, 1998.