

Uso da SS GFAAS na preparação de material calibrante sintético visando à determinação direta de As em sedimento

Alexandre L Souza¹ (PG), Danielle P. Intima¹ (PG), Rodrigo Porcionato² (IC) Pedro V. Oliveira¹ (PQ), Cassiana S. Nomura² (PQ)*cassiana.nomura@ufabc.edu.br

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

Palavras Chave: Arsênio, sedimento, cerâmica, calibração, SS GFAAS.

Introdução

Técnicas espectroscópicas têm sido empregadas na análise direta de amostras sólidas, devido às inúmeras vantagens, tais como, minimização de contaminação, perda do analito, geração de resíduos e possibilidade de microanálise ($m < 1 \text{ mg}$)¹. Porém, a microhomogeneidade da amostra e a calibração são os fatores limitantes que podem degradar a qualidade dos resultados analíticos. Embora soluções aquosas possam ser empregadas na calibração, em muitos casos, materiais de referências certificados (CRM) são necessários. Entretanto, a maioria dos CRMs disponíveis comercialmente apresenta homogeneidade somente para massas de amostras superiores a 100 mg^2 , inviabilizando o seu emprego na microanálise. Além disso, encontrar CRMs contendo diferentes concentrações de um analito específico não é trivial. Além disso, técnicas analíticas de amostragem direta de sólidos, como o LA-ICP MS, ETV ICP OES e LIBS, requerem padrões sólidos contendo diferentes concentrações do analito para a calibração. Portanto, o presente trabalho propõe o uso de cerâmica impregnada com diferentes concentrações de As como material calibrante. A espectrometria de absorção atômica com forno de grafite e amostragem direta de sólidos (SS GF AAS) foi a técnica empregada para a avaliação da microhomogeneidade e aplicabilidade do material na análise de sedimento.

Resultados e Discussão

Na impregnação de As, 10 g de cerâmica moída foi mantida sob agitação em meio de 40 mL de solução contendo 0,25; 2,5; 12,5; 25 e 50 mg L^{-1} de As. Filtrou-se e secou-se a cerâmica a 60°C por 48 h em estufa. A análise desse material, por amostragem de suspensão em GFAAS, revelou que a adsorção de As variou de 58 a 98% resultando em um material contendo: $0,58 \pm 0,13$; $8,1 \pm 1,5$; $38,2 \pm 4,4$; $98,1 \pm 0,5$ e $168 \pm 12 \text{ mg kg}^{-1}$. A temperatura e tempo de pirólise e atomização para a determinação direta de As ($197,2 \text{ nm}$) por SS GF AAS foi $1200^\circ\text{C}/20\text{s}$ e $2600^\circ\text{C}/2\text{s}$, respectivamente. Modificador químico contendo $5 \mu\text{g Pd} + 3 \mu\text{g Mg}$ foi utilizado. Os fatores de homogeneidade, calculados para cada padrão, indicaram homogeneidade adequada ($H_e < 10$) mesmo

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

para massas tão reduzidas quanto $80 \mu\text{g}$. Curvas analíticas de calibração foram construídas com a cerâmica impregnada: (1) massas crescentes de um padrão ($38,2 \pm 4,4 \text{ mg kg}^{-1}$; $y = 0,0635 x$, $R^2 = 0,9606$ e (2) com massas similares ($m=80 \text{ mg}$ e $n=5$) dos 4 padrões contendo diferente concentração de As: $y = 0,0623 x$, $R^2 = 0,9998$. Os coeficientes de correlação das curvas indicam que o material possui homogeneidade suficiente para ser empregada nas construções das curvas analíticas de calibração em microanálise.

A acurácia do procedimento foi avaliada pela análise de CRMs de sedimento, cujo resultado está apresentado na tabela abaixo. Os valores encontrados concordaram em 95 % no nível de confiança (*test-t student*), indicando que o material proposto pode ser utilizado na calibração do espectrômetro para análise desses materiais.

	Certificado	Encontrado (método 1)	Encontrado (método 2)
MESS-1	$10,6 \pm 1,2$	$10,8 \pm 0,5$	$10,3 \pm 0,6$
BCSS-1	$11,1 \pm 1,4$	$10,0 \pm 0,2$	$10,2 \pm 0,2$

¹Calibração com massas crescentes; ²Calibração com os 4 padrões

Conclusões

A avaliação da homogeneidade indicou que o As, impregnado sobre a cerâmica, está homogeneamente distribuído pelas partículas, podendo ser utilizada em microanálise. Essa idéia foi empregada com sucesso na análise de sedimento por SS GF AAS. Por permitir uma análise direta, rápida e precisa de massas de amostras tão pequenas quanto $80 \mu\text{g}$, a SS GF AAS tem se mostrado uma boa ferramenta na produção de materiais de referência. Essa é uma investigação preliminar da produção de material sintético para calibração em análise direta de sólidos. No entanto, a homogeneidade encontrada sugere que esse material poderá ser empregado em outras técnicas analíticas como LA-ICP MS, ETV ICP OES e LIBS.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES

¹Zschunke, A.; *Reference materials in analytical chemistry - A guide for selection and use*, Springer.

²Zeisler, R.; *Fresenius J. Anal. Chem.* **1998**, 360, 376