

## Desafios da Análise em Rotina de Constituintes Inorgânicos por ICP OES em Atendimento a Legislações Ambientais

Roberta Collazo (PQ)<sup>1\*</sup> e Daniel Bhering (PQ)<sup>1</sup>. e-mail: [rcollazo@corplab.net](mailto:rcollazo@corplab.net)

<sup>1</sup>Corplab – Environmental Analytical Services,, Rua Galatéia 1824, Santana, São Paulo SP

Palavras Chave: ICP OES, Legislação Ambiental, Constituintes Inorgânicos.

### Introdução

Políticas de gestão ambiental encontram-se inseridas no escopo de diferentes instituições. O estímulo à preservação ambiental gera benefícios como a redução de desperdícios de energia e água, além dos custos com indenizações por danos ambientais. O Governo possui o papel de fiscalizar e estabelecer normas e parâmetros que visem à manutenção do meio ambiente. Inseridas nesse contexto, encontram-se vigentes Resoluções e Portarias que regulamentam as diretrizes para amostras ambientais em relação à sua composição química. Para atendimento a esse controle crescente, a caracterização de uma matriz requer o emprego de técnicas e métodos multidisciplinares. A espectrometria de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES) é uma técnica amplamente utilizada para determinação de constituintes inorgânicos. Essa técnica apresenta caráter multielementar, elevada produtividade e robustez. Neste trabalho são discutidos os potenciais problemas encontrados na análise em rotina de larga escala de águas, solos e sedimentos, visando a determinação de elementos traços e majoritários por ICP OES, em atendimento à Portaria 518, Resoluções CONAMA 357 e 344, e Lista Cetesb.

### Experimental

A rotina de análise foi conduzida em um ICP OES Perkin Elmer, Optima 2100-DV, equipado com nebulizador GenCone e câmara de nebulização ciclônica. Condições robustas de operação (Potência 1,30 kW e fluxo de nebulização 0,60 L min<sup>-1</sup>) foram empregadas para execução das medidas. A seleção de comprimentos de onda dos analitos seguiu o procedimento descrito no método EPA 6010. Ítrio (Y) ou escândio (Sc) foi selecionado como padrão interno. As amostras avaliadas foram provenientes de projetos de Consultorias ambientais. O preparo das amostras de águas subterrâneas, superficiais e oceânicas, e solos e sedimentos, seguiu as diretrizes descritas nas normas EPA 3005A ou 3050. O escopo da caracterização química das amostras de água envolveu a quantificação dos teores totais e solúveis dos constituintes inorgânicos.

### Resultados e Discussão

Para os elementos As, Cd, Co, Cu, Sb, Se, e Pb, a visão axial foi indispensável para determinação em baixa concentração. Nebulização pneumática não produziu sensibilidade satisfatória para Hg. A condição de operação robusta do plasma permitiu que a exatidão da curva analítica não fosse comprometida em função da matriz. Testes de adição e recuperação na matriz apresentaram valores em acordo com os limites da EPA 6010.

Tabela 1. Adição e recuperação em águas oceânicas e subterrâneas.

Analito	Água Oceânica		Água Subterrânea	
	Adicionado	% Rec.	Adicionado	% Rec.
Al	2,000 mg L <sup>-1</sup>	92	2,000 mg L <sup>-1</sup>	95
As	0,100 mg L <sup>-1</sup>	88	0,100 mg L <sup>-1</sup>	89
Cu	0,250 mg L <sup>-1</sup>	102	0,250 mg L <sup>-1</sup>	108
Cr	0,200 mg L <sup>-1</sup>	108	0,200 mg L <sup>-1</sup>	105
Pb	0,500 mg L <sup>-1</sup>	89	0,500 mg L <sup>-1</sup>	103

Um comparativo entre os Limites de Detecção do Método (MDL) obtidos e Valores Máximos Permitidos (VMP) nas legislações ambientais para águas pode ser observado na Tabela 2.

Tabela 2. Comparativo resumido MDL ICP OES e VMP da Portaria 518 e Resolução CONAMA 357 Art. 14.

Analito	Portaria 518	CONAMA 357 Art. 14	MDL
Al dis.	-	0,1 mg L <sup>-1</sup>	0,05 mg L <sup>-1</sup>
As	0,01 mg L <sup>-1</sup>	0,01 mg L <sup>-1</sup>	0,005 mg L <sup>-1</sup>
Cd	0,005 mg L <sup>-1</sup>	0,001 mg L <sup>-1</sup>	0,0002 mg L <sup>-1</sup>
Cr	0,05 mg L <sup>-1</sup>	0,05 mg L <sup>-1</sup>	0,001 mg L <sup>-1</sup>
Hg	0,001 mg L <sup>-1</sup>	0,0002 mg L <sup>-1</sup>	0,005 mg L <sup>-1</sup>
Pb	0,01 mg L <sup>-1</sup>	0,01 mg L <sup>-1</sup>	0,004 mg L <sup>-1</sup>

Para o preparo das amostras de águas constatou-se que a homogeneização da solução da amostra e porosidade da membrana filtrante afetam severamente a exatidão do balanço teor total/dissolvido. Para não comprometimento da sensibilidade na análise de solos e sedimentos, a massa tomada para preparo da amostra foi uma função da umidade. O emprego de padrão interno melhorou a estabilidade em longo período. Calibração através da adição de analito comprovou a exatidão do método para as matrizes avaliadas.

### Conclusões

O emprego da técnica de ICP OES, para completo atendimento aos parâmetros inorgânicos estabelecidos nas legislações vigentes, requer estratégias diferenciadas para Hg. A análise em rotina de matrizes com diferentes composições requer a rígida implementação de controles que atestem o desempenho e exatidão analítica.