

## Avaliação do uso de membranas extratoras para a determinação de metais em águas por LIBS.

Klécia M. dos Santos<sup>1</sup> (PG)\*, Juliana Cortez<sup>1</sup> (PG), Ivo M. Raimundo Jr<sup>1</sup> (PQ), Elane S. da Boa Morte<sup>2</sup> (PG), Maria das Graças A. Korn<sup>2</sup> (PQ).

E-mail: ksantos@iqm.unicamp.br

Instituto de Química – UNICAMP<sup>1</sup>, NQA-PRONEX/GPQA - Instituto de Química, UFBA, Salvador, Bahia, Brasil<sup>2</sup>

Palavras Chave: LIBS, metais, membrana, quimiometria.

### Introdução

A Espectroscopia Óptica de Emissão em Plasma Induzido por Laser, conhecida como **LIBS**, é uma técnica multielementar que tem sido explorada principalmente para a análise de metais em amostras sólidas. LIBS permite analisar amostras nos estados sólido, gasoso e líquido, encontrando alguns problemas neste último caso. Parte da energia do laser é empregada para vaporizar o solvente da solução, diminuindo a energia empregada nos processos de formação do plasma e excitação das espécies, o que repercute na diminuição da sensibilidade da medida. A parte óptica do sistema tem que ser adaptada para que não seja danificada. Esse trabalho propõe o uso de membranas extratoras de PVC plastificado para análise em LIBS, com o objetivo de contornar os problemas encontrados nas medidas em líquidos.

### Resultados e Discussão

Para a fabricação da membrana polimérica, preparou-se uma solução contendo 4,0 mg de reagente violeta de pirocatecol (complexante), 4,0 mg de brometo de cetil-trimetil-amônio (para formar par iônico com o reagente) e 87,5 µL de bis(2-etilhexil) sebacato (plastificante) dissolvidos em 1,0 mL de tetrahidrofurano. A membrana foi preparada pela deposição manual de 20 µL da solução em fitas de poliéster, deixando-se secar até evaporação do solvente. As análises foram realizadas utilizando-se soluções de estanho (10, 30 e 50 mg L<sup>-1</sup>) e cobre (10 e 50 mg L<sup>-1</sup>) em tampão acetato (pH 5,9). O tempo de extração dos metais foi de 10 minutos para cada amostra. Para minimizar problemas decorrentes da não homogeneidade das membranas, medidas foram realizadas em diferentes locações, a fim de melhorar a reprodutibilidade.

As análises foram executadas empregando-se um instrumento LIBS *lab-made* constituído por um laser Nd:YAG (110mJ/pulso e 5 ns de duração de pulso), um policromador *echelle* e um detector ICCD.

A aquisição dos espectros foi feita em quatro réplicas para cada amostra, sendo as medidas

realizadas em dez locações para cada membrana. A matriz de dados foi tratada com base na média das locações e submetida ao pré-processamento de dados **SNV** (do inglês, *Standard Normal Variate*). O tratamento quimiométrico proposto utilizou toda a faixa espectral dos metais, sem seleção de variáveis. Para avaliação qualitativa, construiu-se um modelo de classificação baseado na análise por componentes principais (**PCA**, do inglês, *Principal Component Analysis*). A Figura 1 mostra o gráfico dos escores para as amostras analisadas.

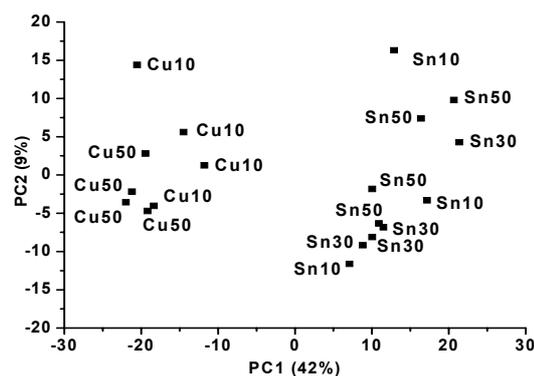


Figura 1. Gráfico dos escores para amostras de estanho e cobre.

Os resultados mostram a formação de dois grupos, indicando a separação das amostras de cobre e estanho. A pré-avaliação realizada sugere a aplicação do sistema LIBS para ensaios qualitativos, podendo ser aplicado em medidas de *screening*.

### Conclusões

O emprego de membranas extratoras na análise LIBS mostrou ser viável, com a grande vantagem da amostra poder ser aplicada diretamente sobre a fase sensora (sem qualquer tratamento prévio). Esta metodologia pode vir a ser aplicada para identificação de metais em águas naturais, atuando como uma metodologia alternativa, direta e viável.

### Agradecimentos

A CAPES e PROCAD/CAPES pelo apoio financeiro.