

Determinação de mercúrio em carvão mineral em suspensão por CV- ET AAS

Mauana S. Silva (IC)*, Adilson J. Curtius (PQ), Daniel L. G. Borges (PQ) mauana.schneider@gmail.com

Departamento de Química–Universidade Federal de Santa Catarina–Campus Universitário, Trindade, 88040-900 Florianópolis, SC.

CV-ET AAS, determinação de mercúrio, carvão.

Introdução

O mercúrio como neurotoxina é capaz de causar danos irreparáveis ao sistema nervoso e até levar à morte. Estima-se que aproximadamente 40% do mercúrio lançado na atmosfera são decorrentes de indústrias que se utilizam da combustão do carvão mineral ⁽¹⁾, já que cerca de 90% do mercúrio ali contido é liberado durante sua queima ⁽²⁾. Daí nasce a importância da quantificação de mercúrio, principalmente em carvão mineral.

O método mais usual para a determinação de Hg consiste na geração química de vapor à temperatura ambiente (“vapor frio” – CV) aliada à espectrometria de absorção atômica (AAS) ou de fluorescência atômica. Embora celas de quartzo possam ser utilizadas como pseudo-atomizadores, a retenção do vapor de Hg em um tubo de grafite recoberto com um metal nobre, com posterior aquecimento para liberação do vapor atômico de Hg, é uma técnica que permite obter bons limites de detecção e eliminar efeitos cinéticos decorrentes da reação em fase condensada. Assim, neste trabalho, utilizou-se a espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica e geração de vapor frio (CV-ET AAS) para a determinação de Hg em amostras de carvão preparadas em suspensão, o que elimina procedimentos longos e tediosos de digestão de amostra.

Resultados e Discussão

As análises foram realizadas utilizando o espectrômetro de absorção atômica AAnalyst 100 (Perkin Elmer, Norwalk, CT, USA), com correção de fundo por lâmpada de arco de deutério. Uma lâmpada de cátodo oco de Hg, operada a 7 mA, foi utilizada, e as medidas foram realizadas em 253,7 nm. Tubos de grafite sem plataforma e com recobrimento pirolítico foram utilizados para a retenção do vapor de Hg. A reação ocorreu no sistema MHS 15, em batelada.

Para a análise, cerca de 200 mg de amostra certificada SARM-20 de granulometria $\leq 50 \mu\text{m}$ foram pesados, e diluídos a 10 mL em HNO_3 0,8 mol.L⁻¹.

A suspensão ficou em repouso em temperatura ambiente por 48 h, sendo agitada imediatamente antes da análise. A solução redutora foi preparada a 3% m/v NaBH_4 estabilizada com NaOH 0,5% m/v.

Para retenção do vapor de Hg, foi utilizado como recobrimento no tubo de grafite 400 μg de ouro, termicamente depositado na parede do tubo:

A quantidade de NaBH_4 foi otimizada, e observou-se que o sinal permaneceu inalterado a partir da adição de 3 mL de NaBH_4 3% m/v, para um volume de 1 mL de suspensão e 1 mL de HCl 1,0 mol L⁻¹.

A temperatura de atomização foi otimizada em 800°C, que mostrou-se suficiente para a geração de sinais reprodutíveis e permitiu a utilização do tubo de grafite recoberto com Au por mais de 70 ciclos de aquecimento. A calibração com soluções aquosas mostrou-se adequada ao procedimento, permitindo boa concordância entre o valor certificado e o valor obtido para Hg na amostra SARM-20. Limite de detecção de 0,02 $\mu\text{g g}^{-1}$ foi obtido com o procedimento, indicando a excelente sensibilidade do método.

Conclusões

O método mostrou-se simples, rápido, com boa precisão e exatidão para a determinação de Hg em amostra de carvão em suspensão. O preparo das amostras por suspensão representou economia significativa de tempo, além de reduzir risco de perdas do analito. O procedimento é certamente extensível a outras amostras de carvão, submetidas ao mesmo procedimento.

Agradecimentos

CNPq, PBIC-UFSC, INCT Energia e Ambiente .

¹ NESCAUM; Mercury Emissions from Coal-Fired Plants – 2006.

² D.L. Laudal, J.H. Pavlish, J. Graves, D. Stockdill; Mercury mass balance: a case study of two Dakota power plants, J. Air Waste Manage. Assoc. 50 (2000) 1798 – 1804.