

Pré-concentração de metais dissolvidos por ditiocarbamatos.

Gláucia G.M.M. dos Santos^{1,2} (PG), Eliane B. de Melo¹ (PG) Lílian S. W. de Lima¹ (TC), Iracema Takase² (PQ), Weber F. Landim de Souza^{1*} (PQ). weber.landim@int.gov.br.

¹Instituto Nacional de Tecnologia, Divisão de Química Analítica, Av. Venezuela 82 sl. 210. Rio de Janeiro- RJ. 20081-312. ²Universidade Federal do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Química, Av. Athos da Silveira Ramos 149 Bl.A 7º andar. Rio de Janeiro- RJ. 21941-909

Palavras Chave: FAAS, FRX, Águas naturais, Efluentes.

Introdução

A determinação de metais dissolvidos são relevantes na avaliação da contaminação ambiental por efluentes e em águas continentais. Embora de maior disponibilidade a biota, as frações dissolvidas apresentam baixas concentrações devido a reações de complexação, adsorção, precipitação e co-precipitação. Estas baixas concentrações, na ordem de ppbs, requerem técnicas analíticas de alta sensibilidade e baixos limites de detecção como as de ICP-MS, ICP-OES e ETAAS que requerem um maior investimento instrumental e analítico em relação a técnica de FAAS. O presente trabalho apresenta uma técnica de pré-concentração com Dietil-ditiocarbamato de sódio (NaDDTC) e determinação por FAAS de Pb, Co, Cu, Ni, Zn, Cr, Mn, Cd, Sn e V.

Resultados e Discussão

Padrões multi-elementares de 100 mL e concentrações equivalentes a 50 µg/L foram pré-concentrados por precipitação com 5 mL de NaDDTC 1% com pH controlado com NH₄OH 5%, em 4,0; 4,5; 8,5 e 9,0 temperatura ambiente. Os precipitados foram filtrados em filtros de membrana (Millipore, HAWP), dissolvidos em HNO₃ conc. e retomados a 50 mL. Os extratos obtidos foram analisados por FAAS (Varian, AA 280FS) com chama de ar/acetileno. A concentração dos extratos equivale a 1,0 mg/L e a um fator de concentração de 20 vezes.

Embora os resultados para cada metal variem entre os pH's analisados, dados da literatura [1, 2] indicam melhores resultados na pré-concentração em pH 4,0-5,0. Neste estudo, os melhores resultados foram obtidos em pH 9,0; Pb (85-100%), Co (90-97%), Fe (62-84%), Ni (96-102%), Zn (29-94%), Cr (50-150%), Mn (1-27%), Cd (83-96%), Sn (49-65%), V (90-110%); pH 4 e 9 respectivamente. Isto é especialmente relevante ao ser considerado o caráter multi-elementar da determinação e em função dos ganhos para o elemento de menor

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

recuperação (Mn). Os resultados indicam ainda que a precipitação como hidróxidos podem também ser reações relevantes na pré-concentração dos metais nas condições estudadas. O caráter quantitativo e linear do procedimento de pré-concentração foi observado em curvas analíticas (10, 20 50 e 100 µg/filtro), sendo também relatado na literatura [2, 3], e verificado adicionalmente em experimentos com outra técnica analítica (Fluorescência de Raios X - FRX, Phillips, PW2400).

Conclusões

Os resultados indicam um procedimento analítico de pré-concentração que amplifica a utilização e os limites de detecção da técnica de FAAS. O procedimento se mostrou adequado a determinação de outros elementos usualmente determinados diretamente com menores limites na FAAS por geração de hidretos e vapor frio (i.e. Se, As e Hg) indicando ainda a possibilidade de utilização do procedimento por outras técnicas como a FRX.

Agradecimentos

O presente trabalho foi apoiado pelos projetos PETROBRAS/FUNCATE/INT nº 0050.0038884.08.4, nº. 0050.0054039.09.9 e INCT-TMCOcean Proc. nº 573.601/2008-9 (CNPq).

¹ Grasshoff, K.; Ehrardt, M.; Kremling, K. *Methods of Seawater Analysis*. 2000, Verlag Chemie, 600 p.

² Knapp, G.; Schreiber, B.; Frei, R.. *Anal. Chim. Acta* **1975**, 77, 293.

³ Grieken, R.V. *Anal. Chim. Acta* **1982**, 143, 3.