

Determinação de Mercúrio em Amostras Ambientais por CVG-ICP-MS após Combustão Iniciada por Micro-ondas

Rochele S. Picoloto* (PG), Ederson R. Abaide (IC), Matheus F. Pedrotti (IC), Tiago L. C. Rocha (IC),
Juliano S. Barin (PQ), Érico M. M. Flores (PQ)

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, Brasil

*e-mail: rspicoloto@gmail.com

Palavras Chave: Amostras ambientais, combustão, mercúrio, CVG-ICP-MS

Introdução

A determinação de mercúrio em amostras ambientais tem se tornado cada vez mais importante, devido à elevada toxicidade deste elemento e os possíveis danos que este pode causar aos seres vivos e ao meio ambiente. Várias técnicas analíticas são utilizadas para a determinação de Hg em amostras ambientais.¹ Entretanto, geralmente, é necessário uma etapa prévia de digestão das amostras, normalmente com elevadas quantidades de ácidos concentrados, ou suas misturas, o que contribui para geração de resíduos e resulta em digeridos finais com elevada acidez. Além disso, o tempo de decomposição, geralmente é longo. Para contornar essas limitações, este trabalho propõe a combustão iniciada por micro-ondas (MIC) em sistema fechado para a decomposição de amostras ambientais e posterior determinação de Hg por espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado com geração de vapor frio (CVG-ICP-MS).²

Resultados e Discussão

Amostras de lodo de efluente industrial, rocha, sedimento, solo e materiais de referência certificado (CRM) de matrizes semelhantes foram utilizadas neste trabalho. As amostras foram secas em estufa (30 °C, 3 h) e posteriormente homogeneizadas e prensadas na forma de comprimidos, que foram posicionados em suportes de quartzo. Uma solução de NH_4NO_3 6 mol L⁻¹ (50 µL) foi utilizada como iniciador da combustão. Os suportes foram inseridos nos frascos de combustão, que foi pressurizado com 20 bar de O_2 e inserido na cavidade do forno de micro-ondas. O programa de aquecimento utilizado foi de 5 min de aquecimento (1400 W) seguidos de 20 min de resfriamento. Após a combustão, os analitos foram retidos em 6 mL de solução absorvedora (HNO_3 ou HCl 0,25 mol L⁻¹ ou água). Porém, baixas recuperações foram obtidas, possivelmente devido ao elevado teor de constituintes inorgânicos destes materiais. Desta forma, celulose microcristalina foi adicionada às amostras. A queima da celulose favoreceu a volatilização do Hg da amostra, permitindo melhores

recuperações. Foi observado que a adição de 300 mg de celulose a 300 mg de amostra foi suficiente para promover a completa volatilização do analito da matriz.² Concordâncias com os valores de Hg nos materiais de referência certificados (CRM) foram superiores a 96% (Tab. 1). O limite de detecção foi 0,006 µg g⁻¹. Uma das vantagens do procedimento proposto foi a separação completa dos analitos da matriz, que fica retida no suporte de quartzo evitando, assim, possíveis interferências na etapa de determinação. Além disso, quando comparado à digestão por via úmida assistida por radiação micro-ondas, a decomposição por MIC permitiu dispensar o uso de ácidos concentrados para digestão.

Tabela 1: Resultados obtidos para a decomposição dos CRMs por MIC e determinação de Hg (µg g⁻¹) por CVG-ICP-MS (n = 3).

CRM	Hg, µg g ⁻¹	
	Valor certificado	Valor encontrado
BCR 142 R	0,067 ± 0,011	0,064 ± 0,004
BCR 146 R	8,6 ± 0,4	8,3 ± 0,5
BCR 320	1,03 ± 0,13	1,01 ± 0,02
MESS2	0,092 ± 0,009	0,093 ± 0,006
NIST 2709	1,40 ± 0,08	1,48 ± 0,03
SUD1	0,098 ± 0,029	0,095 ± 0,004

BCR 142 R Trace elements in a light sandy soil; BCR 146 R Sewage sludge from industrial origin; BCR 320 Trace elements in river sediment; MESS2 Marine sediment reference materials for trace metals and other constituents; NIST 2709 San Joaquin soil; SUD1 A Sudbury sediment for trace elements

Conclusões

O método proposto foi adequado para a decomposição de amostras de efluente industrial, rocha, sedimento e solo de maneira rápida e eficiente, sendo possível o preparo de até 8 amostras simultaneamente, em apenas 25 min utilizando soluções ácidas diluídas ou água. Adicionalmente, a técnica de CVG-ICP-MS permitiu que seja feita a determinação de Hg em baixas concentrações nas amostras estudadas.

Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq e UFSM

¹ Windmüller, C. C.; Santos, R. C.; Athayde, M.; Palmieri, H. E. L. *Química Nova*, **2007**, *30*, 1088.

² Picoloto, R. S.; Wiltzsche, H.; Knapp, G.; Barin, J. S.; Flores, E. M. M. *Anal. Methods*, **2012**, DOI: 10.1039/C1AY05410D