

Problemática de validação do método de determinação de mercúrio em analisador direto de amostras sólidas (DMA-80 Milestone)

Jose J. Melendez^{1*} (PG), Anne H. Fostier² (PQ), Juan F. Restrepo (IC)³

Jose.perez@iqm.unicamp.br

^{1,2,3} Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) Departamento de Química

² Universidad del Valle (Colômbia),

Palavras Chave: Mercurio, DMA-80, Folhas, .

Introdução

O equipamento DMA-80 (Milestone) é um analisador direto de mercúrio que usa o princípio de decomposição térmica, amalgamação e absorção atômica e permite a análise de amostras sólidas eliminando a etapa de digestão. Conforme o fabricante, a massa máxima de amostra que deve ser inserida no analisador é de 100 mg. Entretanto, na validação do método, a exatidão é avaliada pela análise de materiais de referencia certificados (solos, sedimentos, plantas, etc.), para os quais os fabricantes recomendam geralmente a análise de uma massa mínima da ordem de 150-250 mg.

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a faixa de massa de amostra de folhas que pode ser analisada em cada injeção no equipamento sem perda de precisão nem perda de aleatoriedade no resultado de concentração de Hg para uma mesma amostra. A curva de calibração foi construída a partir de soluções padrão de Hg. O estudo foi desenvolvido com material certificado de folhas de maçã (NIST 1515), folhas de pêssego (NIST 1547) para os quais o fabricante recomenda a análise de uma massa mínima de 150 mg, e com folhas de duas espécies vegetais (*Tetragastris altíssima* e *Trichilia sp.*) coletadas na fazenda da EMBRAPA em Rio Branco (AC).

Resultados e Discussão

A curva foi construída numa faixa de massa de mercúrio de 0,5 para 8 ng de Hg com um coeficiente de correlação de 0,9997. No método foi determinado o LOD= 0,007ng de Hg e LOQ= 0,023 ng de Hg. A concentração do Hg foi determinada para massas de amostras variando entre 20 e 100 mg.

Os resultados mostraram que os dados de concentração de Hg nas amostras usando uma faixa de massas entre 30 e 80 mg apresentam valores aleatórios em volta da média e precisão menores que 1,2%. Para massas de amostra superiores a 80 mg, em todos os casos observa-se uma correlação positiva entre concentração de Hg e massa analisada (Fig.1).

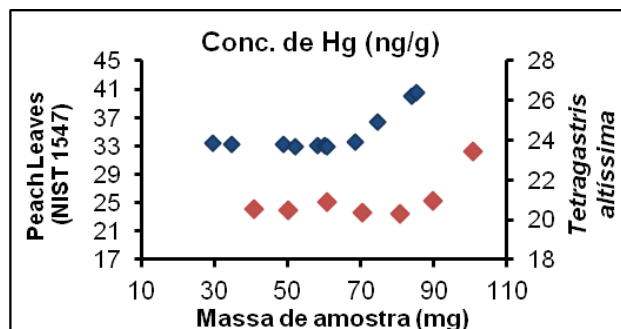


Figura 1. Concentração de Hg em folhas de pêssego (azul) e folhas de *Tetragastris altíssima* (vermelho) em determinada com o DMA-80 variando a massa de amostra analisada.

Para estabelecer a precisão e exatidão do método foi determinada a concentração de mercúrio das amostras (certificadas e coletadas) com um limite de confiança de 95% usando massas entre 30 e 80 mg com número de repetições igual a n (Tabela 1).

Tabela 1. Concentrações de Hg nas amostras usando massas de amostra entre 30 e 80 mg.

Amostra	[Hg] certificado	[Hg] estimado	n
Apple leaves	44 ± 4	45,3 ± 0,6	5
Peach leaves	31 ± 7	33,0 ± 0,1	5
<i>Tetragastris a.</i>	----	26,71 ± 0,07	3
<i>Trichilia sp.</i>	----	80,6 ± 0,6	3

Conclusões

A determinação da concentração de mercúrio em amostras de folhas usando o DMA-80 fornece informações mais precisas e com maior exatidão quando analisadas massas de amostras inferiores a 80 mg.

Quanto maior a massa de amostra analisada, mais gases de combustão são gerados, tornando-se mais difícil separá-los do mercúrio volatilizado.

Agradecimentos

CNPq, FAPESP pelo apoio financeiro.