



<b>Evento</b>	Salão UFRGS 2018: SIC - XXX SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS
<b>Ano</b>	2018
<b>Local</b>	Campus do Vale - UFRGS
<b>Título</b>	Determinação de Ni e As em subprodutos da mineração do xisto com potencial uso agrícola via HR-CS SS-GF AAS
<b>Autor</b>	RAFAELA OLIVEIRA ANDERI
<b>Orientador</b>	MARIA GORETI RODRIGUES VALE

## DETERMINAÇÃO DE Ni E As EM SUBPRODUTOS DA MINERAÇÃO DO XISTO COM POTENCIAL USO AGRÍCOLA VIA HR-CS SS-GF AAS

Rafaela Oliveira Anderi (IC), Maria Goreti R. Vale (PQ)  
*Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.*

O xisto é uma rocha sedimentar rica em matéria orgânica, que quando submetido a altas temperaturas produz óleos combustíveis semelhantes aos óleos convencionais derivados do petróleo [1]. A industrialização do xisto brasileiro produz uma grande quantidade de subprodutos que possuem nutrientes minerais e, portanto, podem ser usados como insumos agrícolas [2]. Todavia, nestes subprodutos também podem conter elementos potencialmente tóxicos e determiná-los pode garantir a segurança ambiental e alimentar para seu uso na agricultura. Sendo assim, o presente trabalho apresenta o desenvolvimento de métodos analíticos para determinação de Ni e As em amostras dos subprodutos sólidos do xisto brasileiro por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua e forno de grafite utilizando análise direta de amostras sólidas (HR-CS SS-GF AAS). As análises foram realizadas em um espectrômetro modelo contrAA 700. Três diferentes amostras (finos de xisto, xisto retornado e calcário de xisto) foram analisadas, tendo sido moídas e peneiradas para tamanho de partículas  $\leq 45 \mu\text{m}$  (Ni) e  $\leq 200 \mu\text{m}$  (As). As linhas analíticas utilizadas foram de 341,477 nm (Ni) e 197,197 nm (As), com sensibilidade relativa de 21 e 50%, respectivamente, e a avaliação de apenas o pixel central. Observou-se uma boa correlação ( $R = 0,978$  e  $0,984$  para Ni e As, respectivamente) entre absorvância integrada e massa de amostra até 0,20 mg para Ni e 0,11 mg para As. Os modificadores químicos utilizados foram: 10  $\mu\text{g}$  de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  com Triton X-100 0,05% (m/v) para Ni e 400  $\mu\text{g}$  de Ir como modificador permanente juntamente com a injeção da mistura Pd/Mg (5  $\mu\text{g}$ /3  $\mu\text{g}$ ) em solução para As. Temperaturas de pirólise e de atomização foram escolhidas, respectivamente, 800 °C e 2500 °C para Ni e 1100 °C e 2400 °C para As. Os limites de detecção e quantificação para Ni foram de 0,26  $\mu\text{g g}^{-1}$  e 0,86  $\mu\text{g g}^{-1}$ , e para As, de 1,8  $\mu\text{g g}^{-1}$  e 5,9  $\mu\text{g g}^{-1}$ , respectivamente. A massa característica foi de 80 pg e 120 pg para Ni e As. A exatidão dos métodos foi avaliada através de três materiais de referência certificados: SGR-1 (xisto), NIST 2704 (sedimento de rio) e SARM 20 (carvão) para Ni e SGR-1 (xisto), MESS 2 (sedimento marinho e estuarino) e BCR 40 (carvão) para As. Os valores encontrados foram concordantes com os certificados no nível de confiança de 95%, aplicando o teste *t-Student*. O desvio padrão relativo das medidas foi inferior a 10%. Os valores de concentração nas amostras investigadas variaram entre 22,8 – 44,0  $\text{mg kg}^{-1}$  e 30,2 – 51,8  $\text{mg kg}^{-1}$  para Ni e As, respectivamente. A concentração de Ni encontrada é inferior a 175  $\text{mg kg}^{-1}$ , valor máximo estipulado pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento do Brasil para condicionadores de solo e fertilizantes através da IN N° 7, de 12 de abril de 2016. No entanto, a concentração de As está acima de 20  $\text{mg kg}^{-1}$ , a qual é estipulada pela mesma legislação. A técnica de HR-CS SS-GF AAS foi adequada para a determinação de Ni e As nas amostras investigadas, permitindo análises rápidas, exatas e precisas com mínima preparação das amostras.

### Referências:

[1] Goren, O., *Fuel* 143, 2015, 118.

[2] Nicolini, J.; Pereira, B.F.; Pillon, C.N.; Machado, V.G.; Lopes, W.A.; de Andrade, J.B.; Mangrich, A.S., *J. Anal. Appl. Pyrol.*, 90, 2011, 112.