



DETERMINAÇÃO DE Pb, Fe e Ni EM ÁGUA DE XISTO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA DE ALTA RESOLUÇÃO COM FONTE CONTÍNUA E FORNO DE GRAFITE UTILIZANDO ANÁLISE DIRETA DE AMOSTRAS

Eliseu da Silveira Menger(IC), Maria Goreti R. Vale(PQ)
 Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil

GRUPO DE ANÁLISE DE TRAÇOS
 Instituto de Química - UFRGS

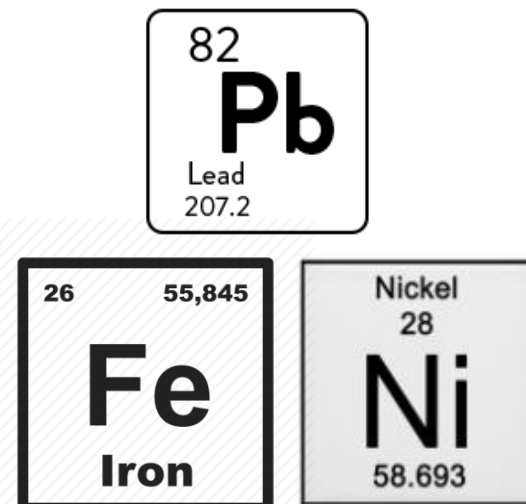
Introdução

- A água de xisto é um subproduto do processo de industrialização do xisto.
- Rica em macro e microconstituintes, como Fe, pode ser utilizada na formulação de fertilizantes.
- Pode conter metais potencialmente tóxicos tais como Pb e Ni.



Objetivo

Desenvolver métodos analíticos rápidos, precisos e exatos para a determinação de Pb, e de Ni e Fe simultaneamente, em água de xisto utilizando HR-CS GF AAS com análise direta de amostras e calibração com padrões aquosos.



Experimental



Análise direta



Forno de grafite para líquidos (PIN e sem plataforma)



contrAA 700

3 amostras diferentes: AX1, AX2 e AX3

Pb
 $\lambda = 217,00 \text{ nm}$ (CP ± 1)

Ni e Fe
 $\lambda = 232.003 \text{ e } 232.036 \text{ nm}$ (CP ± 1)

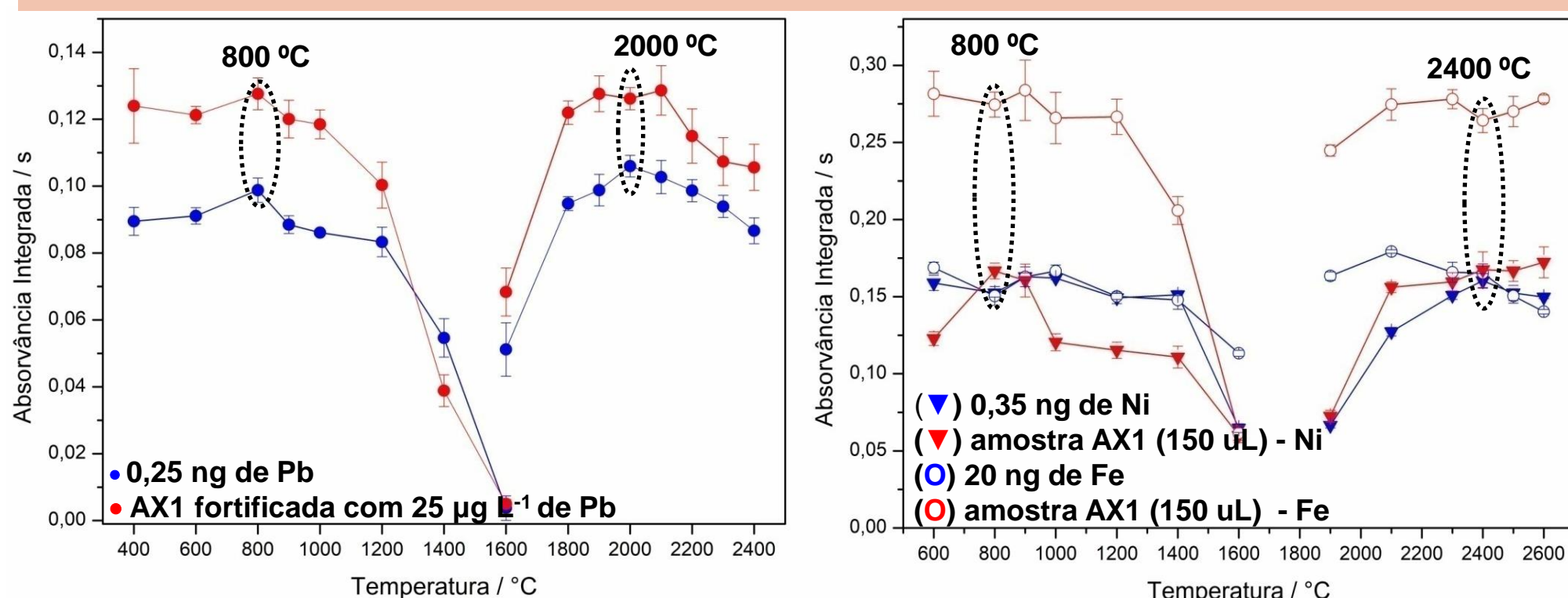
Resultados

Modificadores Químicos

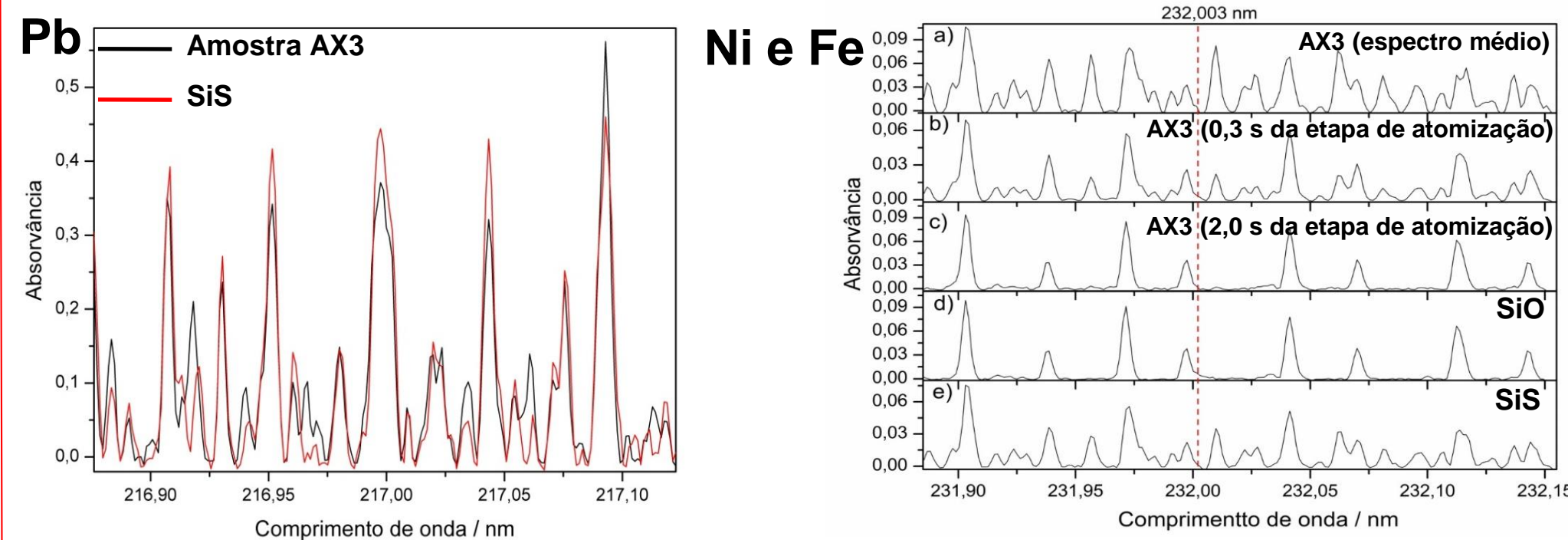
Pb: 10/6 μg de Pd/Mg

Ni e Fe: 5 μg de Mg

Curvas de pirólise e atomização



Interferências espectrais e correção de fundo por mínimos quadrados (LSBC)



Parâmetros de Mérito

Parâmetro	Pb ($\lambda = 2170,003 \text{ nm}$)
Equação da reta	$A_{\text{int}} = 0,4202m(\text{ng}) + 0,0186$
R	0,9955
LOD ($\text{pg} / \mu\text{g kg}^{-1}$)	16 / 0,12 ^a
LOQ ($\text{pg} / \mu\text{g kg}^{-1}$)	55 / 0,39 ^a
m_0 (pg)	10

Parâmetro	Ni ($\lambda = 232.003 \text{ nm}$)	Fe ($\lambda = 232.036 \text{ nm}$)
Equação da reta	$A_{\text{int}} = 0,5443m(\text{ng}) + 0,01288$	$A_{\text{int}} = 0,00899m(\text{ng}) + 0,0029$
R	0,9945	0,9942
LOD ($\text{pg} / \mu\text{g kg}^{-1}$)	7,7 / 0,054 ^a	440 / 3,1 ^a
LOQ ($\text{pg} / \mu\text{g kg}^{-1}$)	26 / 0,18 ^a	1500 / 11 ^a
m_0 (pg)	7,2	488

^aLOD e LOQ calculados para 150 μL de amostra

Avaliação da exatidão

A exatidão dos métodos foi avaliada com os CRMs de águas residuais (BCR 713 e BCR 714) e com ensaios de recuperação: Os valores encontrados foram concordantes com o certificado (Teste t-Student para 95 % de confiança) e as recuperações variaram entre 89 e 107 %.

Aplicação dos métodos

Amostra	Concentração ($\mu\text{g kg}^{-1}$)		
	Pb	Ni	Fe
AX1	$0,49 \pm 0,04$	$2,0 \pm 0,1$	426 ± 25
AX2	<LOQ	$1,1 \pm 0,03$	79 ± 5
AX3	<LOQ	$2,7 \pm 0,1$	106 ± 11

Conclusão

- ✓ Os métodos desenvolvidos são eficazes, precisos e exatos.
- ✓ Interferências espectrais, devido ao fundo estruturado, foram corrigidas com sucesso.
- ✓ Teores de Pb e Ni são inferiores aos valores estipulados pelo MAPA, ou seja, 150 e 70 mg kg^{-1} , respectivamente.
- ✓ A quantidade de Fe é inferior ao teor mínimo pelo MAPA para micronutrientes em fertilizantes para aplicação foliar (200 mg kg^{-1}).

Agradecimentos: CNPq, PROPESQ