

Luciane Luiza François¹, Aline R. Borges^{1,2}, Maria Goreti R. Vale^{1,2}, Emilene M. Becker³, Joeli Rockenbach¹, Matheus Gigante¹

¹ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Av. Bento Gonçalves 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil

² Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia do CNPq – INCT de Energia e Ambiente, Universidade Federal da Bahia, Salvador, BA, Brasil; www.inct.cienam.ufba.br

³ Universidade Federal do Pampa, Bagé, RS, Brasil

E-mail: luhfrancois@gmail.com

Introdução

Fertilizantes



- São indispensáveis na produção e desenvolvimento agrícola.
- O uso em excesso causa a contaminação do solo por metais tóxicos.
- Metais traço, como o tálio, podem ocasionar problemas sérios de saúde em humanos e animais.

AMOSTRAGEM SÓLIDA:

- Menor quantidade da amostra;
- Baixo risco de contaminação;
- Uso de reagentes é reduzido;
- Menos tempo;
- Reduzida a chance de perda do analito;

GF AAS

Utilizada para determinação de metais traço em diversos tipos de amostra.

Objetivo

Desenvolver um método analítico para determinação de tálio em amostras de fertilizantes e corretivo agrícola por amostragem sólida, comparando a espectrometria de absorção atômica em forno de grafite com fonte de linha e corretor de fundo baseado no efeito Zeeman (Z-GF AAS) e espectrometria de absorção atômica em forno de grafite com fonte contínua de alta resolução (HR-CS GF AAS).

Experimental

Reagentes

- Calibração: Solução-padrão aquoso
- SRM : SRM 2704 *Buffalo River Sediment*
- Massa de amostra: 0,3 – 2,0 mg.

Preparo de amostra

- Moídas em moinho vibratório
- Peneiradas em membrana de 45µm
- Secas em estufa durante 1 hora na temperatura de 85°C

Equipamentos

- Acessório manual de amostragem sólida: SSA6 (Analytik Jena, Alemanha)
- Micro-balança: M2P- Sartorius
- Moinho vibratório: Pulverisette 0 (FRITSCH)

Z-GF AAS

- ZEE nit 650 P (Analytik Jena, Alemanha);
- Correção de fundo baseado no efeito Zeeman e campo magnético transversal;
- Forno de grafite aquecido transversalmente;
- Lâmpada de cátodo oco de Tl;
- λ: 276,6 nm; Fenda: 0,5 nm; i: 5,0 mA; Força do campo: 0,8 T

HR-CS GF AAS

- ContrAA 700 (Analytik Jena, Alemanha);
- Lâmpada de xenônio com arco curto de alta pressão;
- Forno de grafite aquecido transversalmente;
- λ: 276,7860 nm.

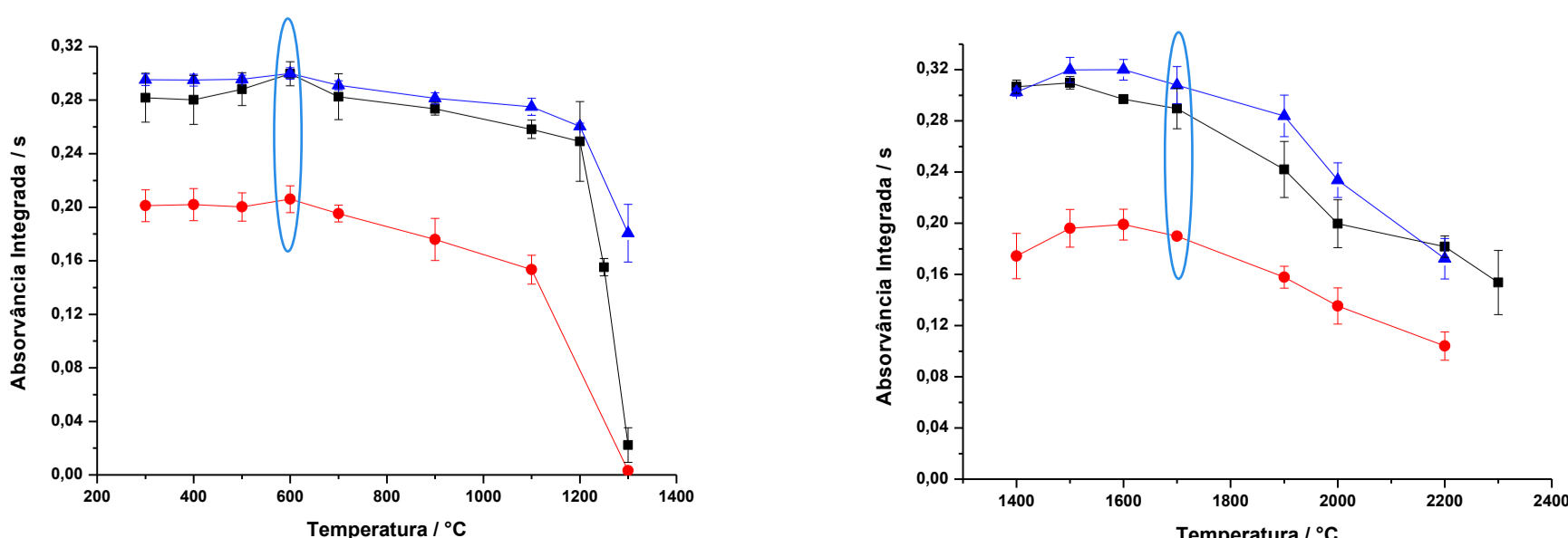
Programa de aquecimento

Etapa	Temperatura / °C	Rampa / °C s ⁻¹	Patamar / s
Secagem	100	6	20
Secagem	150	3	20
Pirólise	600	300	10
Atomização*	1700	2000	5
Limpeza	2400	1000	4

*Fluxo de gás 2 L min⁻¹ em todas as etapas, exceto na atomização quando o fluxo de gás é interrompido.

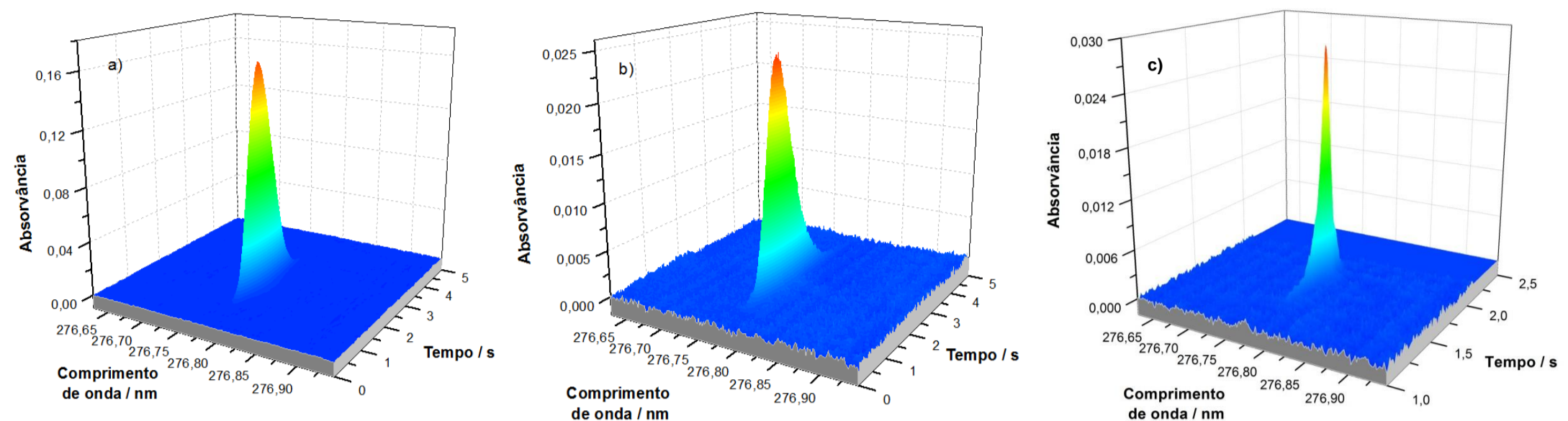
Resultados

Curva de Pirólise e Atomização com HR-CS GF AAS



(■) 0,4 ng Tl em solução aquosa; (●) 5 mg de calcário; (▲) 0,5 mg de SRM 2704.

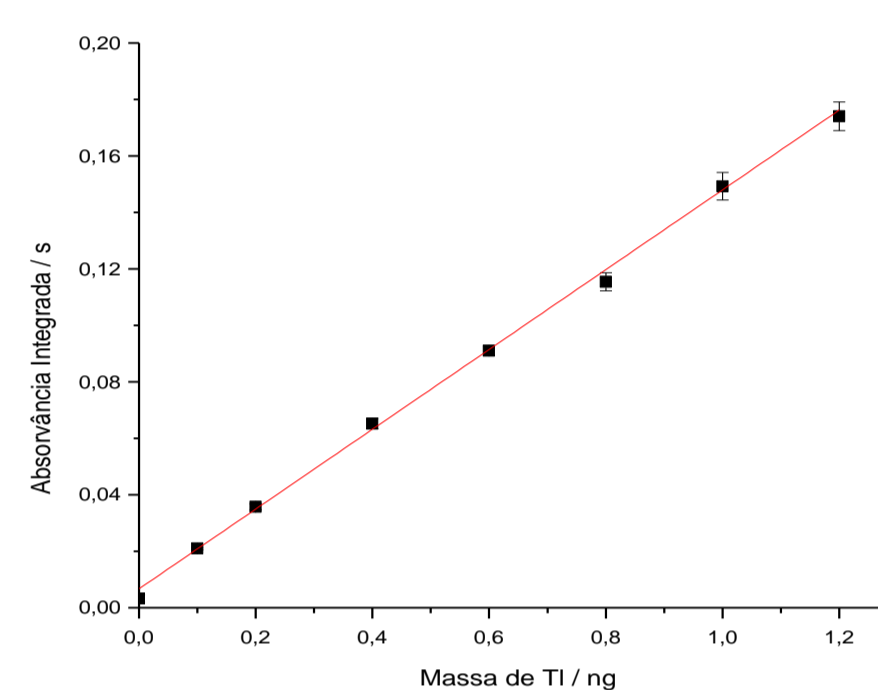
Perfis de sinais analíticos para HR-CS GF AAS



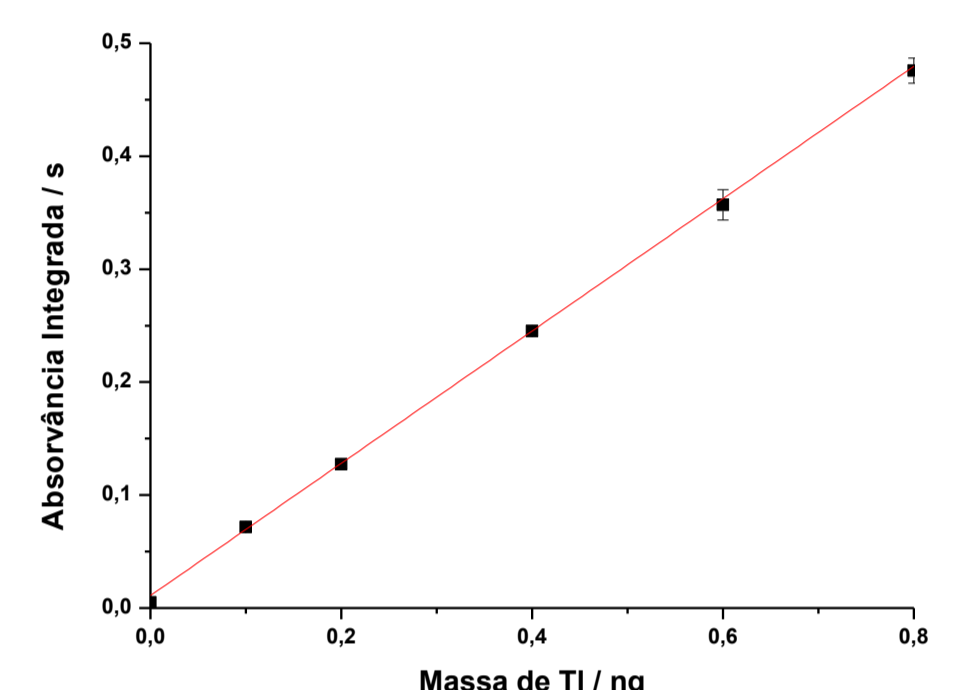
(a) 0,4 ng Tl em solução aquosa A_{int} : 0,2463s; (b) 0,5 mg SRM 2704 A_{int} : 0,3168 s; (c) 2,536 mg de Calcário A_{int} : 0,03686s; Ta 1700 °C e Tp 600 °C.

Curvas de calibração

Z-GF AAS



HR-CS GF AAS



Validação do Método

Parâmetros	Z-GF AAS	HR-CS GF AAS (CP ± 1)
Equação da Regressão Linear ^a	$A_{int} = 0,0077 + 0,1617 m^b$	$A_{int} = 0,0123 + 0,5808 m^b$
Coefficiente de correlação	0,9976	0,9998
LD ^c / ng g ⁻¹	14,6	6,1
LQ ^c / ng g ⁻¹	48,7	20,5
m_0 / pg	24	7,1

^aSolução-Padrão aquosa. ^bMassa de Tl em ng. ^cLD e LQ foram calculadas para 2,0 mg de massa de amostra.

Material Certificado

SRM 2704 / µg g ⁻¹	Z-GF AAS	Tl / µg g ⁻¹ HR-CS GF AAS (CP ± 1)
1,2 ± 0,2	1,14 ± 0,02	1,1 ± 0,04

Resultados analíticos para Tl em amostras de fertilizantes e corretivo agrícola

Amostras	Tl / µg g ⁻¹ HR-CS GF AAS (CP ± 1)
Fertilizante (N:P:K=10:10:10)	0,52 ± 0,03
Fertilizante TSP (46% P ₂ O ₅ + 15% Ca)	0,24 ± 0,01
Calcário	0,055 ± 0,002

Conclusões

- Os resultados obtidos neste trabalho mostram que foi possível o desenvolvimento de um método analítico para a determinação de Tl em fertilizantes utilizando Z-GF AAS e HR-CS GF AAS por amostragem sólida.
- HR-CS GF AAS mostrou maior sensibilidade (LD e m_0) e maior linearidade quando comparada Z-GF AAS.
- Devida a baixa concentração de tálio nas amostras investigadas, a determinação foi realizada apenas com HR-CS GF AAS.
- Em ambos os métodos foi utilizada calibração com padrões aquosos.
- A amostragem direta de sólido, reduziu o manuseio da amostra, e a elevada sensibilidade da técnica tornaram o método desenvolvido adequado para análises de rotina.

Agradecimentos

