

DETERMINAÇÃO DE CÁDMIO, CHUMBO E MERCÚRIO EM MATERIAIS DE REFERÊNCIA MARINHOS POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA - ETAAS E CVAAS

Marília G. M. Catharino; Edson G. Moreira e Marina B.A. Vasconcellos

mgcatharino@uol.com.br

Laboratório de Análise por Ativação - LAN/CRPQ - IPEN - CNEN/SP

Palavras-Chave: material de referência marinho, elementos tóxicos, AAS

Introdução

O crescente aporte de poluentes das mais diversas naturezas, como resíduos de pesticidas e metais tóxicos, principalmente nas regiões estuarinas devido a atividades agrícolas e industriais, tem gerado sérias preocupações a nível global.

Além de contaminantes orgânicos, tais como PCBs e PAHs, o controle de elementos traço inorgânicos em águas e em organismos marinhos é de grande interesse. No Brasil, existem trabalhos publicados sobre contaminação por micropoluentes e a relação com os níveis permitidos por lei [1]. No entanto, devido à extensão da costa brasileira, são necessários mais estudos sobre a presença de elementos tóxicos no meio ambiente marinho.

Objetivo

No presente trabalho, foi aplicado um método para a determinação dos elementos cádmio e chumbo em materiais de referência marinhos por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica em forno de grafite, ETAAS, e mercúrio por espectrometria de absorção atômica com geração de vapor frio, CVAAS.

Material e Método

Para a validação do método foram utilizados materiais de referência certificados, MRC, de origem marinha NIST SRM 1566b (*Oyster Tissue*), NIST SRM 2976 (*Mussel Tissue*) e MR CCHEN - 002 (*Almejas*). O mesmo protocolo para digestão dos MRC foi utilizado para as duas técnicas. Alíquotas entre 100 e 400 mg foram digeridas em mistura de 4 mL de HNO₃ concentrado PA e 1 mL de H₂O₂ 30% (v/v) PA, em bloco digestor a 90°C por três horas, utilizando-se frascos fechados de Teflon de 50 mL da Savillex.

Para a determinação de cádmio e chumbo foi utilizado o espectrômetro AAnalyst 800 da Perkin-Elmer. Foram realizados testes para a otimização do programa de aquecimento do forno de grafite (temperaturas de atomização e pirólise, patamar, temperaturas de secagem, etc), e otimização do volume de injeção de amostra e padrão para obtenção de melhor sensibilidade na análise. Também foi realizada verificação da linearidade das curvas de calibração utilizadas durante a análise. A curva de calibração utilizada para a determinação de cádmio foi de até aproximadamente 7 ng mL⁻¹ e para o chumbo foi de até 15 ng mL⁻¹ e o volume de injeção foi de 20 µL para ambos os elementos.

A detecção por CVAAS foi realizada no equipamento FIMS (Flow Injection Mercury System) da Perkin-Elmer, no qual o Hg²⁺ é reduzido a Hg⁰ por adição de um

agente redutor (SnCl_2). A curva de calibração utilizada foi de até aproximadamente 10 ng mL^{-1} , sendo esta ajustada quando necessário, de acordo com o material de referência a ser analisado. O volume de injeção da amostra foi de $500 \mu\text{L}$, o fluxo de argônio de 50 mL min^{-1} , o fluxo do carregador em torno de $9\text{-}11 \text{ mL min}^{-1}$ e o fluxo do redutor em torno de $5\text{-}7 \text{ mL min}^{-1}$.

Resultados

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos da análise dos MRC por ETAAS e CVAAS.

Tabela 1 - Resultados obtidos para a determinação de cádmio e chumbo por ETAAS e mercúrio por CVAAS em materiais de referência de origem marinha.

Elemento	MRC	Valor certificado, ng g^{-1}	Valor obtido, ng g^{-1}	RSD, %	E_r , %	Escore z
Cd	NIST SRM 1566b	2480±80	2408±104 (n = 5)	4,3	2,9	-0,6
	NIST SRM 2976	820±160	873±21 (n = 4)	2,4	6,5	0,3
	MR CCHEN 002	520 (490-560)	529±5 (n = 1)	0,9	1,7	-
Pb	NIST SRM 2976	1190±180	1138±119 (n = 4)	10,5	4,4	-0,2
	MR CCHEN 002	180 (120-230)	184±3 (n = 2)	1,6	2,2	-
Hg	NIST SRM 1566b	37,1±1,3	37,9±2,1 (n = 5)	5,5	2,2	0,3

n = número de determinações.

Pode-se observar dos resultados obtidos que, tanto o método de digestão das amostras quanto a determinação dos elementos por AAS são adequados. Na avaliação da precisão, foram obtidos valores de desvio padrão relativo, RSD, inferiores a 11 %. A exatidão obtida também é satisfatória, com erros relativos, E_r , menores que 7 % e valores de escore z inferiores a 0,6.

Conclusão

Uma vez que o método aplicado foi considerado satisfatório, este será utilizado como parte de um programa de doutoramento em que se pretende analisar a concentração dos elementos tóxicos Cd, Pb e Hg em mexilhões. Esses organismos podem ser utilizados como biomonitores da qualidade das águas, devido ao fato de serem filtradores e possuírem a característica de bioconcentrar elementos tóxicos [2]. Serão utilizados mexilhões da espécie *Perna perna* no litoral do estado de São Paulo, uma vez que esta espécie se constitui em grande fonte de alimento, e é cultivada em grande escala, visando sua comercialização.

Referências Bibliográficas

- CURTIUS, A. J.; SEIBERT, E. L.; FIEDLER, H. D. Avaliando a contaminação por elementos traço em atividades de maricultura. Resultados parciais de um estudo de caso realizado na Ilha de Santa Catarina, Brasil. *Química Nova*, v. 26, n. 1, p. 44-52, 2003.
- YUSOF, A. M.; YANTA, N. F.; WOOD, A. K. H. The use of bivalves as bio-indicators in the assessment of marine pollution along a coastal area. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, v. 259, n. 1, p. 119-127, 2004.

CNPq