

COMPARAÇÃO ENTRE OS MÉTODOS DE ADIÇÃO DE ÁGUA RÉGIA E ÁCIDO PERCLÓRICO E ADIÇÃO DE ÁCIDO NÍTRICO E ÁCIDO PERCLÓRICO PARA ANÁLISE E RECUPERAÇÃO DE METAIS NO SEDIMENTO DE CÓRREGOS URBANOS NA REGIÃO DO LARANJAL

Vieira, Gabriel S.¹; da Rosa, Nathaly Nunes¹; Sanches, Pedro José²

¹ Instituto Federal Sul-rio-grandense - Técnico em Química; gabrielsoaresvieira@hotmail.com ²
Instituto Federal Sul-rio-grandense, Departamento de Química. pjsans@ibest.com.br

1 INTRODUÇÃO

Os metais pesados são poluentes conservativos, isto é, poluentes que dificilmente sofrem degradação por ataque bacteriano. Esses contaminantes podem ter origem por meio de processos naturais tais como vulcanismo terrestre e depósitos naturais, ou antropogênicos, efluentes domésticos e industriais, emissões atmosféricas e processos industriais (GREGORI et al., 1996; SALOMONS et al., 1984). No entanto, alguns metais, como por exemplo, Fe, Cu e Zn, possuem importância na fisiologia de seres vivos atuando como constituintes de pigmentos respiratórios, formação de metaloproteínas, ativadores de complexos enzimáticos, etc (PHILLIPS 1991). Ao contrário, existem outros que não são requeridos em nenhuma atividade metabólica e por isso são tóxicos para as células mesmo em pequenas concentrações, como por exemplo, Pb, Cd (CLARCK, 1997 e BOWEN, 1979).

Uma das grandes preocupações ecológicas atuais refere-se ao impacto ambiental causado pela liberação descontrolada de metais pesados nos diversos ambientes naturais e, de maior importância, naqueles de maior interação com populações humanas. Os sedimentos têm sido considerados como um compartimento de acumulação de espécies poluentes a partir da água, devido às altas capacidades de acumulação, onde as concentrações tornam-se maiores do que nas águas correspondentes, possibilitando ainda o conhecimento das principais fontes de poluição dentro de um determinado sistema aquático (PHILLIPS, D. J. H, 1977).

Os métodos analíticos utilizados na caracterização química de amostras ambientais são variados. Os métodos clássicos, como a gravimetria, a volumetria e outros, exigem tempos e recursos humanos intensivos, e os seus limites de detecção não respondem às exigências impostas na atualidade. Assim, estes métodos foram sendo substituídos por métodos instrumentais como a espectrometria de absorção atômica com chama (F-AAS), com forno de grafite (GF-AAS) e com geração de hidretos (GF-AAS), a espectrometria de emissão com plasma indutivo (ICP-OES), a espectrometria de massa acoplada a plasma indutivo (ICP-MS), entre outros (RIBEIRO, 2006). Neste trabalho o método escolhido para análise foi o método de espectrometria de absorção atômica com chama (F-AAS), por permitir a determinação da maioria dos elementos, ao nível de µg/L, diretamente sobre as amostras, ter um limite de detecção baixo, e necessitar de volumes mínimos de amostra.

Durante as últimas décadas, tem-se desenvolvido e modificado vários procedimentos para extração de metais pesados em solos. Os extratores ácidos

mais utilizados são: HNO_3 , Água Régia ($\text{HNO}_3 + \text{HCl}$), HCl , CH_3COOH , $\text{HCl} + \text{H}_2\text{SO}_4$, entre outros. Os outros extratores bastante utilizados são os agentes quelantes e as soluções salinas: EDTA, DTPA + TEA, CaCl_2 , NH_4F , EDTA, CaCl_2 , NaNO_3 , AlCl_3 (RAURET, 1998). Neste trabalho comparamos os métodos de extração com o uso de água régia + ácido perclórico e ácido nítrico + ácido perclórico.

Considerando a toxicidade dos metais pesados, o grande número de áreas contaminadas e a importância de escolher um método de determinação que possa ser utilizado na determinação de teores de metais em solos sem influência intencional para o estabelecimento de valores máximos permitidos. O objetivo desse trabalho foi comparar as metodologias analíticas método da adição de água régia + ácido perclórico e o método com a adição de ácido nítrico + ácido perclórico para análise de amostras de solos para a determinação dos teores de Pb, Ni, Cd, Cu, e Zn em solos.

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

A coleta de sedimento foi feita com o auxílio de uma Draga do tipo Van Veen, na interface sedimento/água até uma profundidade de 10cm e foram armazenadas em frascos de vidro previamente descontaminados, e encaminhados ao laboratório sob temperatura de -4°C .

O sedimento foi exposto, com o auxílio de uma estufa, a temperatura de 60°C por 72 horas. Após processo de tamisação, a fração de $63\mu\text{m}$ foi utilizada para análise.

Três amostras de aproximadamente 2g de analito foram tratadas com 4mL de ácido nítrico e 2mL de ácido perclórico e aquecidos para digestão em banho-maria durante 30 minutos a uma temperatura de 90°C . Outras três amostras de aproximadamente 2g de sedimento foram tratadas com 4mL de água régia e 1mL de ácido perclórico e também levadas a digestão em banho-maria durante 30 minutos a uma temperatura de 90°C . Todas as amostras foram filtradas após digestão.

Padrões de 0,2mg/L, 0,5mg/L, 1,0mg/L, 2mg/L e 4mg/L de Cd, Ni, Pb, Cu e Zn foram preparados.

A análise da presença dos metais nas amostras foi realizada com o auxílio de um espectrofotômetro de absorção atômica com chama de ar acetileno Perkin Elmer.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Métodos	Pb (ppm)	Cd (ppm)	Zn (ppm)	Ni (ppm)	Cu (ppm)
Ácido nítrico + ácido perclórico	25,1 ±3,2	Nd	46,5 ±1,6	nd	18,2 ±0,8
Água régia + ácido perclórico	22,4 ±0,9	Nd	49,2 ±0,9	1,5 ±1,4	14,4 ±0,4

Esta tabela apresenta a média das leituras em triplicata do espectrofotômetro de absorção atômica com o seu desvio padrão.

Analisando a tabela acima podemos perceber que a recuperação dos metais com o método com adição de água régia e ácido perclórico é maior. Isso deve-se ao maior poder de digestão da mistura de ácido nítrico e ácido clorídrico frente ao ácido nítrico sozinho.

4 CONCLUSÃO

Através das leituras no Espectro de Absorção Atômica (E.A.A.), constatou-se que dos dois métodos pesquisados, o que combina água régia e ácido perclórico permitiu maiores recuperações dos analitos. Demonstrando que tal método, apesar de necessitar de maior quantidade de reagentes, é mais eficiente para a análise de metais no sedimento.

5 REFERÊNCIAS

Ceotto, Caio de Sousa. **Comparação de técnicas analíticas para determinação de elementos traço em soluções de amostras ambientais**. 2009/2. Dissertação de mestrado em Química. – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 20 de dezembro de 2009;

ABREU, C.A. et al. Análise química de solo para metais pesados. In. Sociedade Brasileira de Ciência do Solo. (Org.). **Tópicos em Ciência do Solo**. 1 ed. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2002, .v.2, p.645-692;

Michelle Pelozato, Camila Hugem, Mari Lucia Campos, Jaime Antonio de Almeida, Cristian Berto da Silveira, David José Miquelluti, Maurício César de Souza. Comparação entre métodos de extração de cádmio, cobre e zinco de solos catarinenses derivados de basalto e granito-migmatito. **Revista de Ciências Agroveterinárias**. Lages, v.10, n.1, p. 54-61, 2011;

EMBRAPA, Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro, 1979. Não paginado.