



Evento	Salão UFRGS 2018: SIC - XXX SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS
Ano	2018
Local	Campus do Vale - UFRGS
Título	Otimização multivariada de métodos para determinação de mercúrio utilizando técnicas de geração de vapor acopladas à espectrometria de absorção atômica
Autor	CARLA FERNANDA GRASEL FROIS
Orientador	MARCIA MESSIAS DA SILVA

OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE MERCÚRIO UTILIZANDO TÉCNICAS DE GERAÇÃO DE VAPOR ACOPLADAS À ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

Carla Fernanda Grasel Frois (IC), Márcia Messias da Silva (PQ)
Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil

O mercúrio é um metal tóxico e um poluente ambiental que pode causar diversos prejuízos à saúde mesmo em baixas concentrações. No ambiente aquático, o mercúrio inorgânico sofre metilação, por ação de microrganismos, e é acumulado ao longo da cadeia alimentar com o metilmercúrio (MeHg). A geração química de vapor (CVG) acoplada à espectrometria de absorção atômica (AAS) é uma das técnicas mais empregadas para a determinação de Hg em nível de traços. As técnicas de geração de vapor como a CVG, e a geração fotoquímica de vapor (PVG) apresentam algumas vantagens em comparação com outras técnicas de amostragem líquida, pois possuem menores limites de detecção; tem eficiência de transporte de analito de cerca de 100 %; e menor risco de interferências, uma vez que o analito é separado da matriz. Este trabalho tem por objetivo a otimização multivariada da CVG AAS e PVG AAS para a determinação de Hg. Os experimentos da CVG e da PVG foram feitos utilizando um analisador de mercúrio, modelo FIMS 400 (Perkin Elmer), equipado com uma cela de absorção de quartzo e uma lâmpada de baixa pressão de Hg, emitindo em 253,7 nm, como fonte de radiação. Para a PVG ainda foi empregada uma lâmpada de Hg de 18 W, com comprimento de onda de 254 nm como reator fotoquímico. As medidas foram feitas em sistema de injeção em fluxo e o sinal foi avaliado em absorvância integrada (A_{int}). Para as duas técnicas foram empregados métodos de otimização univariados e multivariados. As otimizações foram feitas utilizando soluções aquosas de um padrão de $10 \mu\text{g L}^{-1}$ de Hg inorgânico. Para a otimização multivariada das técnicas foi realizado um planejamento fatorial completo de dois níveis (2^3 para a PVG e 2^4 para a CVG), que serviu para avaliar quais fatores e interações são significativos na PVG e CVG do Hg, e como superfície de resposta foi empregada a Matriz de Doehlert; nos dois casos o erro foi estimado através de repetições no ponto central. Os fatores otimizados foram, para a PVG: vazão de ácido fórmico (V_{AF}), vazão de argônio (V_{Ar}) e concentração de ácido fórmico ($[AF]$); e para a CVG: vazão de HCl (V_{HCl}), vazão de argônio (V_{Ar}), concentração de HCl ($[HCl]$) e de NaBH_4 ($[\text{NaBH}_4]$). O domínio experimental escolhido em cada caso foi determinado a partir da otimização univariada da respectiva técnica. Os resultados obtidos para a otimização univariada foram, para a PVG: $V_{AF} = 8 \text{ mL min}^{-1}$; $V_{Ar} = 40 \text{ mL min}^{-1}$ e $[AF] = 5 \%$ (v/v); e para a CVG: $V_{HCl} = 7 \text{ mL min}^{-1}$; $V_{Ar} = 50 \text{ mL min}^{-1}$; $[HCl] = 1 \text{ mol L}^{-1}$; $[\text{NaBH}_4] = 0,1 \%$ (m/v). Os parâmetros de mérito obtidos pela construção de curvas de calibração utilizando as condições otimizadas pelo método univariado foram, para CVG e PVG, respectivamente: LOD, 0,036 e $0,023 \mu\text{g L}^{-1}$; LOQ, 0,12 e $0,08 \mu\text{g L}^{-1}$; m_0 , 15 e 9 ng; sensibilidade, 0,2889 e $0,4486 \text{ s ng}^{-1}$. Os resultados obtidos pela otimização univariada mostraram que a PVG apresentou melhores LOD e LOQ, além de ter apresentado sensibilidade 35% maior do que a CVG. O planejamento fatorial 2^3 realizado para a PVG mostrou que todos os fatores estudados, bem como as interações de segunda ordem, influenciam de forma significativa no sinal de A_{int} e, portanto, todos devem ser avaliados pela Matriz de Doehlert. Já para o planejamento 2^4 da CVG, a variável $[HCl]$ não teve influência significativa no sinal de A_{int} e, portanto, pode ser desconsiderado na Matriz de Doehlert. De forma geral, os planejamentos fatoriais realizados para a PVG e a CVG mostraram que a otimização multivariada é mais adequada. Entretanto, isso será melhor avaliado após a determinação das condições ótimas pelo método multivariado e obtenção dos parâmetros de mérito para as duas técnicas. Depois de finalizadas as otimizações multivariadas e estabelecidas as condições ótimas para cada método, os mesmos serão aplicados para determinação de Hg em amostras reais.