



**Universidade:  
presente!**

**UFRGS**  
PROPEAQ



**XXXI SIC**

21. 25. OUTUBRO • CAMPUS DO VALE

<b>Evento</b>	Salão UFRGS 2019: SIC - XXXI SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS
<b>Ano</b>	2019
<b>Local</b>	Campus do Vale - UFRGS
<b>Título</b>	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
<b>Autor</b>	ELISEU DA SILVEIRA MENGER
<b>Orientador</b>	MARIA GORETI RODRIGUES VALE

# 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.*

A água de xisto é um dos subprodutos resultantes do processo de industrialização do xisto. Por ser rica em macro e microconstituintes, pode ser usada como matéria-prima na formulação de fertilizantes. No entanto, nela podem estar presentes metais potencialmente tóxicos [1]. Neste contexto o trabalho propõe o desenvolvimento de métodos analíticos para determinação de Pb, e Fe e Ni, simultaneamente, em amostras de água de xisto por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua e forno de grafite (HR-CS GF AAS) usando análise direta de amostras. As análises foram realizadas em um espectrômetro modelo contrAA 700. Três diferentes amostras de água de xisto (AX1, AX2 e AX3) foram investigadas e as linhas analíticas utilizadas foram: Pb 217,003 nm (principal), Ni 232.0031 nm (principal) e Fe 232.036 nm (1,4% de sensibilidade relativa). Devido à proximidade das linhas analíticas, foi possível realizar a determinação simultânea de Fe e Ni. Como o teor dos analitos nas amostras é baixo, foi empregada a estratégia de múltiplas injeções. Interferências espectrais causadas pela molécula de SiS foram identificadas e foi aplicada a correção por algoritmos de mínimos quadrados (LSBC). Para a determinação de Ni e Fe, LSBC foi usada também para corrigir interferências devido à molécula de SiO. Os modificadores químicos utilizados foram: Pd/Mg (10/6 µg) para Pb, e Mg (5 µg) para Fe e Ni. As temperaturas de pirólise e de atomização otimizadas foram respectivamente, 800 °C e 2000 °C para Pb e 800 °C e 2400 °C para Fe e Ni. Os limites de detecção e quantificação (em pg), respectivamente, foram: 16 e 55 para Pb, 7,7 e 26 para Ni e 440 e 1500 para Fe. A massa característica foi de 10, 8 e 489 pg para Pb, Ni e Fe, respectivamente. A exatidão dos métodos foi avaliada através dos CRMs de águas residuais: BCR 714 (para Pb) e BCR 713 (para Ni e Fe). Os valores encontrados foram concordantes com os certificados ao nível de confiança de 95%, aplicando o teste *t-Student*. Foram realizados, também, ensaios de adição e recuperação, e recuperações entre 89 e 107% foram obtidas para os três analitos. A concentração de Pb na amostra AX1 foi  $0,46 \pm 0,041 \mu\text{g L}^{-1}$ ; não foi possível determinar a concentração nas demais amostras, pois o teor de Pb encontrava-se abaixo do limite de quantificação. As concentrações encontradas de Fe variaram entre  $75 \pm 5,0$  e  $300 \pm 24 \mu\text{g L}^{-1}$  e de Ni, entre  $1,0 \pm 0,02$  e  $1,9 \pm 0,13 \mu\text{g L}^{-1}$ ; não foi possível quantificar os analitos na amostra AX3, pois as interferências espectrais não foram corrigidas completamente. As concentrações de Pb e Ni encontradas são inferiores aos valores máximos estipulados pela legislação brasileira para condicionadores de solo. Quanto às concentrações obtidas de Ni e Fe, são inferiores aos teores mínimos de nutrientes em fertilizante de aplicação via foliar, também estabelecidos pela legislação brasileira.

Referências:

[1] MESSIAS, Rafael da F. *et al.* Multimineral and Organic Composition of a Liquid By-Product from the Pyrobituminous Shale Pyrolysis Process and its Potential Use in Agriculture, *Journal of Plant Nutrition*, v. 38, 959-972, 2015.