

Determinação de As, Se, Cd, Pb, Fe, Ni, Cu, Zn e Hg em amostras de água pela técnica de fluorescência de raios X (WD-XRFS), após coprecipitação com APDC

Maria Degmar Reis Carvalho(PG), Ivone Mulako Sato(PQ), Vera Lúcia Ribeiro Salvador(PQ) e Wilson Scapin Jr.(IC)

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Divisão de Caracterização Química.
Travessa R, 400 - Cidade Universitária, 05508-900 São Paulo, SP.

Palavras chaves: fluorescência de raios X, análise de metais, análise de águas

INTRODUÇÃO

A determinação multielementar dos principais elementos tóxicos em amostras de água por WD-XRFS apresenta interferências espectrais que devem ser corrigidas. No trabalho, foram utilizadas amostras simuladas de água, cuja concentração de metais foi estabelecida, conforme a CETESB, para águas Classe 1 e 2.

OBJETIVO

Determinação quantitativa de As, Se, Cd, Pb, Fe, Ni, Cu, Zn e Hg em amostra de água pela técnica de WD-XRFS, após coprecipitação com APDC.

MÉTODO

As radiações interferentes $\text{SeK}\beta$ e $\text{AsK}\beta$, respectivamente, sobre as radiações $\text{PbL}\beta$ e $\text{HgL}\beta$ foram eliminadas pela deconvolução dos picos. As linhas de emissão interferentes $\text{RhK}\alpha(n=2)$ e $\text{RhL}\gamma$, provenientes do tubo de raios X, sobre as linhas $\text{HgL}\alpha$ e $\text{CdK}\alpha$ foram corrigidas, respectivamente, pela utilização de filtros de Zr e Al. Os elementos foram coprecipitados com o APDC e os precipitados recolhidos sobre um filtro de membrana com bomba peristáltica (fluxo de filtração de 1,5 ml/min). Os elementos As, Se, Cd, Hg e Pb foram coprecipitados em pH 2 e os elementos Fe, Ni, Cu e Zn em pH 5.

RESULTADOS

As curvas de calibração apresentaram valores de coeficientes de variação linear de 0,996 a 0,999, exceto para o As que apresentou um valor 0,982 no nível de significância de 0,05. O limite de detecção para Se, Pb, Cd, Zn e Hg foi de 0,01 a 0,04 $\mu\text{g/ml}$ e para Ni, Fe e Cu foi de 0,002 a 0,004 $\mu\text{g/ml}$. A precisão do método (Coeficiente de variação percentual) foi de 2,0 a 7,4 %, e a exatidão (Desvio relativo) apresentou um valor de $\pm 1,0$ a $\pm 23,0\%$, em relação à composição nominal. O As apresentou valores mais elevados na precisão e na exatidão, respectivamente, 42,9% e $\pm 40,0\%$.

CONCLUSÃO

Um estudo comparativo entre as técnicas de AAS, ICP-AES e HPLC para os metais Pb, Cd, Fe, Cu, Zn e Ni apresentou um desvio de 0,1 a 13,1%, aonde os resultados mais concordantes foram com os de HPLC. Os elementos Pb e Cd comparados com os da voltametria apresentaram desvios de 33,3 e 55,5 %, respectivamente.