

Determinação simultânea de níquel e ferro em amostras de erva-mate por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua e forno de grafite via análise direta de sólidos (HR-CS SS-GF AAS)



Aluna: Débora Nunes Bazanella
Orientadora: Prof^a Dr^a Maria Goreti R. Vale
Instituto de Química
Universidade Federal do Rio Grande do Sul



INTRODUÇÃO

Solo – Fertilizante – Processamento



Erva-mate



- ✓ Bebida estimulante
- ✓ Propriedades medicinais
- ✓ Capacidade antioxidante

HR-CS SS-GF AAS

Vantagens

- ✓ Análise direta
- ✓ Determinação simultânea
- ✓ Correção de fundo estruturado

**NÍQUEL
E
FERRO**

OBJETIVO

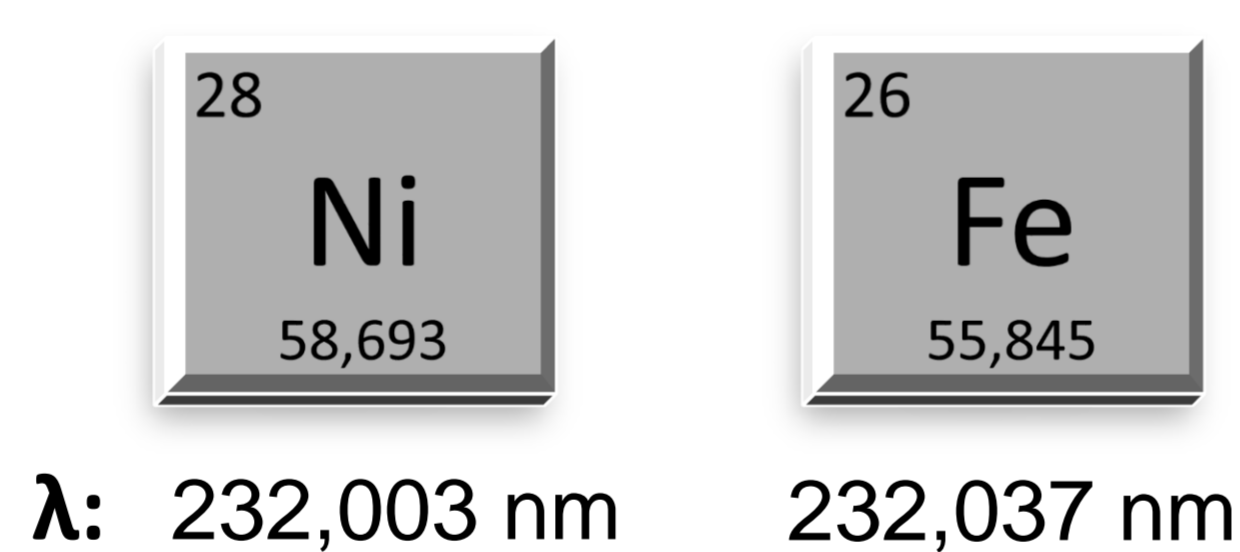
Desenvolver um método analítico para a determinação simultânea de níquel e ferro em amostras de erva-mate utilizando HR-CS SS-GF AAS.

EXPERIMENTAL

Espectrômetro de absorção atômica
ContrAA 700, Analytik Jena



**Determinação
simultânea**



Plataforma e forno de grafite



Programa de aquecimento

Etapa	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Patamar (s)	Fluxo de gás (L min ⁻¹)
Secagem 1	90	3	20	2,0
Secagem 2	150	5	30	2,0
Pirólise	1400	200	20	2,0
Atomização	2600	3000	7	0,0
Limpeza	2600	0	5	2,0

Preparo de amostra

Amostras



Moagem

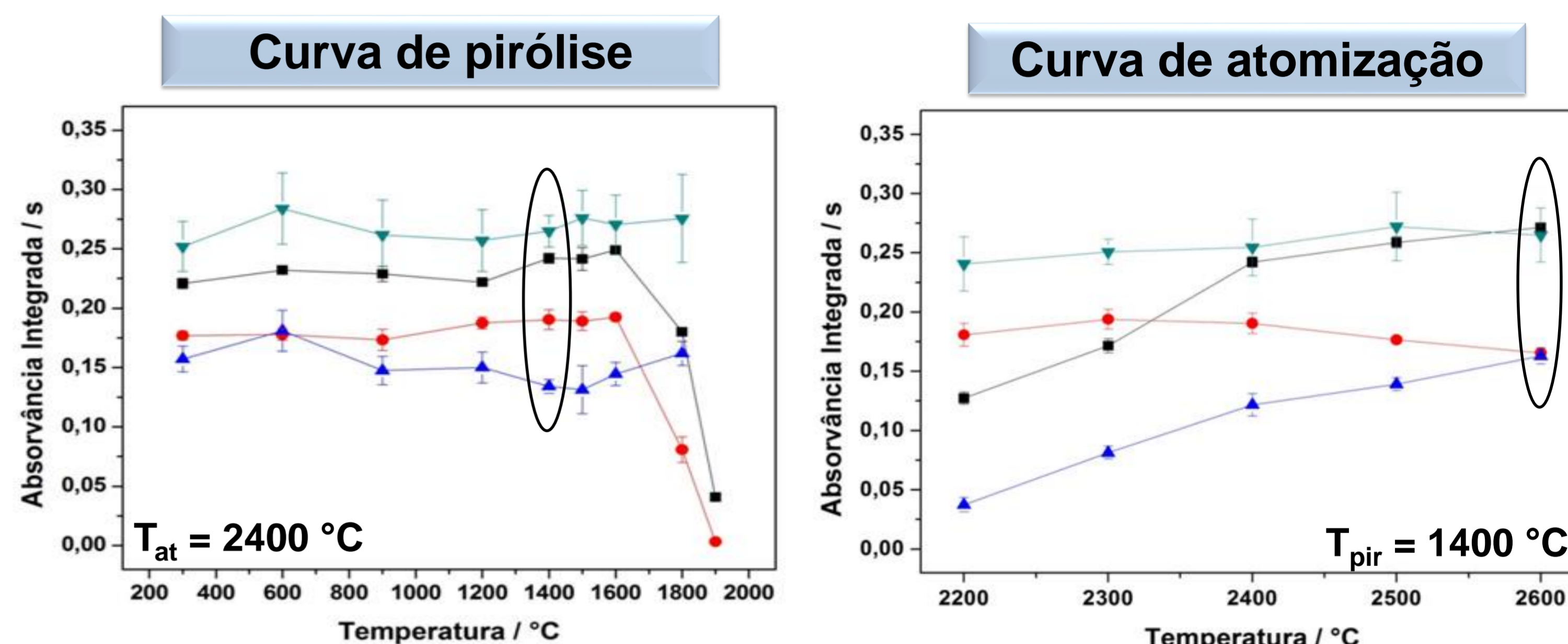


Controle do tamanho de partícula



RESULTADOS

Otimização das temperaturas de pirólise e atomização



Curvas de pirólise e atomização para: amostra de erva-mate 3, absorvância integrada normalizada para 0,1 mg, (■) Ni e (●) Fe; Soluções padrão aquosa contendo (▲) 0,5 ng de Ni e (▼) 13 ng de Fe.

Parâmetros de mérito

Analito	Regressão linear	R	LD	LQ	m ₀
Ni	$A_{\text{int}} = 0,5092m \text{ (ng)} + 0,01094$	0,9951	26 ng g ⁻¹	88 ng g ⁻¹	8,4 ng
Fe	$A_{\text{int}} = 0,002617m \text{ (ng)} + 0,01007$	0,9980	1,0 µg g ⁻¹	3,3 µg g ⁻¹	357 ng

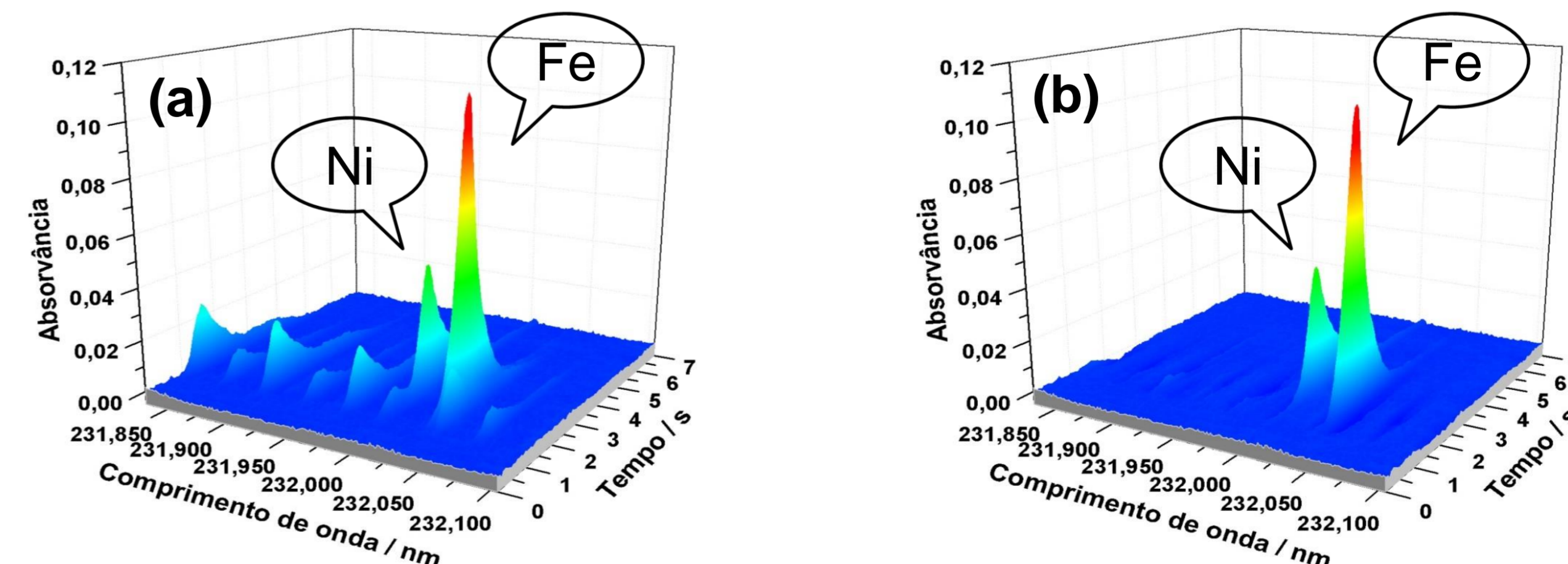
Verificação da exatidão de método

NIST SRM	Certificado (µg g ⁻¹)		Experimental (µg g ⁻¹)	
	Ni	Fe	Ni	Fe
1575a	1,47 ± 0,10	46 ± 2	1,42 ± 0,12	46 ± 5

Determinação de Ni e Fe em amostras de erva-mate

Amostra	Ni (µg g ⁻¹)	CV	Fe (µg g ⁻¹)	CV
1	1,57 ± 0,12	8	106 ± 5	5
2	3,68 ± 0,15	4	262 ± 20	7
3	3,23 ± 0,22	7	194 ± 20	10
4	3,12 ± 0,19	6	117 ± 12	10
5	2,75 ± 0,05	2	176 ± 12	7
6	3,66 ± 0,23	7	144 ± 9	6
7*	6,31 ± 0,12	2	161 ± 9	6

*Amostra de folha de erva-mate



Perfis de absorvância de Ni e Fe para a amostra de erva-mate 3 (a) sem correção (b) com correção de mínimos quadrados. T_{pir} = 1400 °C e T_{at} = 2600 °C.

CONCLUSÕES

A técnica de HR-CS SS-GF AAS se mostrou sensível, precisa e exata para a determinação simultânea de Ni e Fe em amostras de erva-mate, possibilitando a análise rápida das amostras e o emprego de padrões aquosos para as curvas de calibração.

Agradecimentos: CNPq, CAPES e INCT- CIEnAm