

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

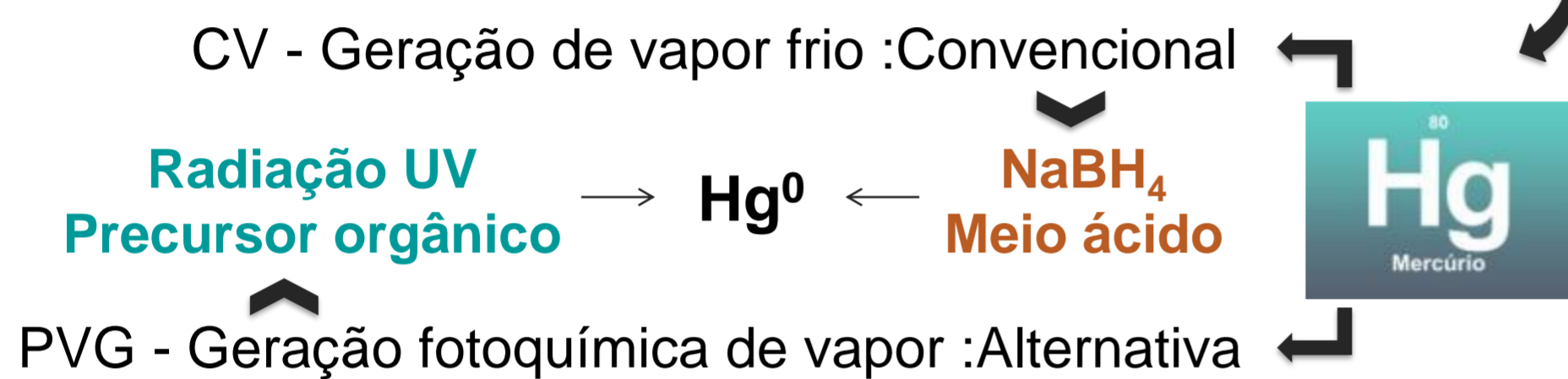
GRUPO DE ANÁLISE DE TRAÇOS
Instituto de Química - UFRGS

INTRODUÇÃO



- ✓ Minerais
- ✓ Proteínas
- ✓ Vitaminas

✗ Acúmulo de metais tóxicos



OBJETIVO

Otimização multivariada de métodos, empregando planejamento fatorial e matriz de Doehlert (MD), para a determinação de Hg pelas técnicas CV-AAS e PVG-AAS.

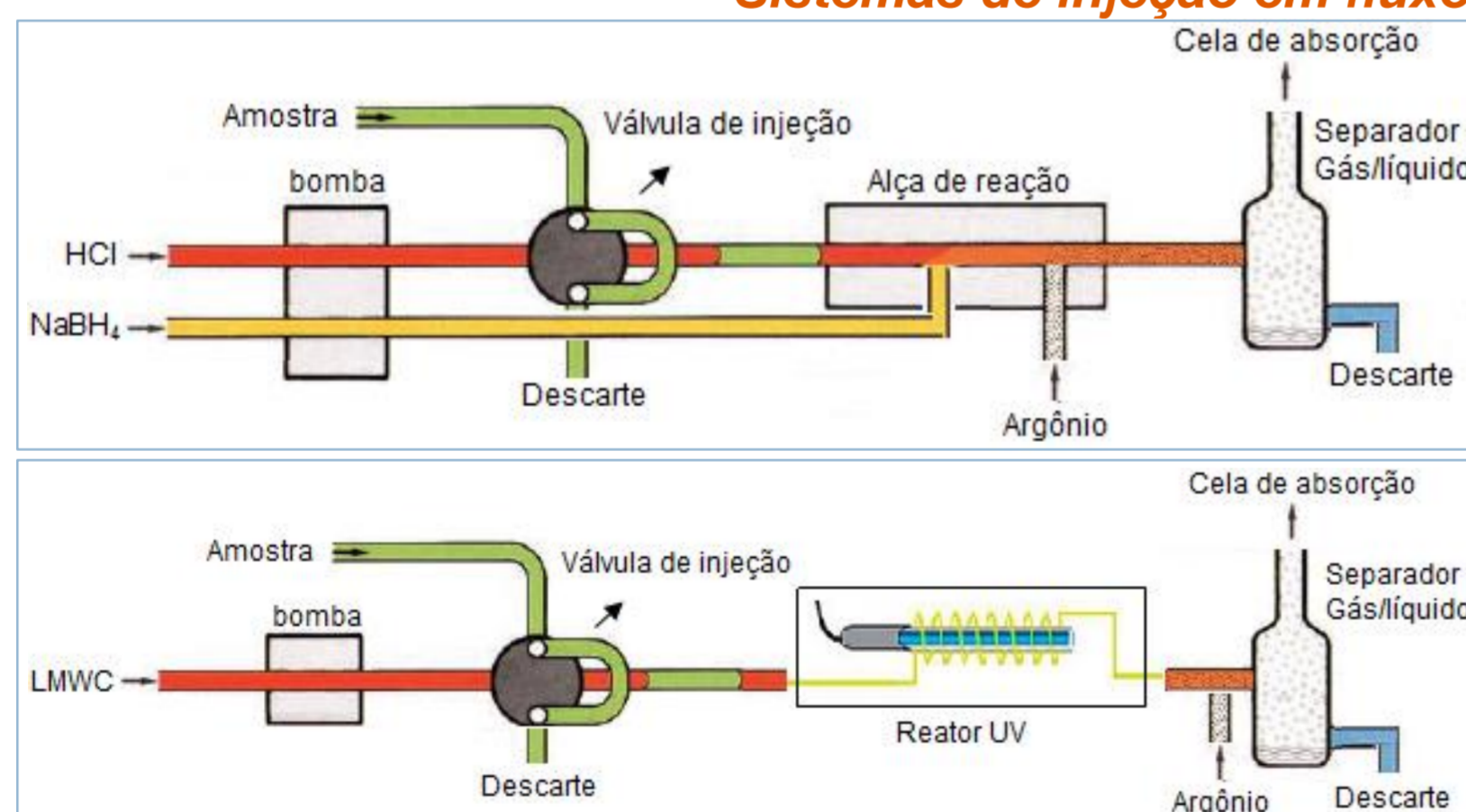
EXPERIMENTAL

Instrumentação



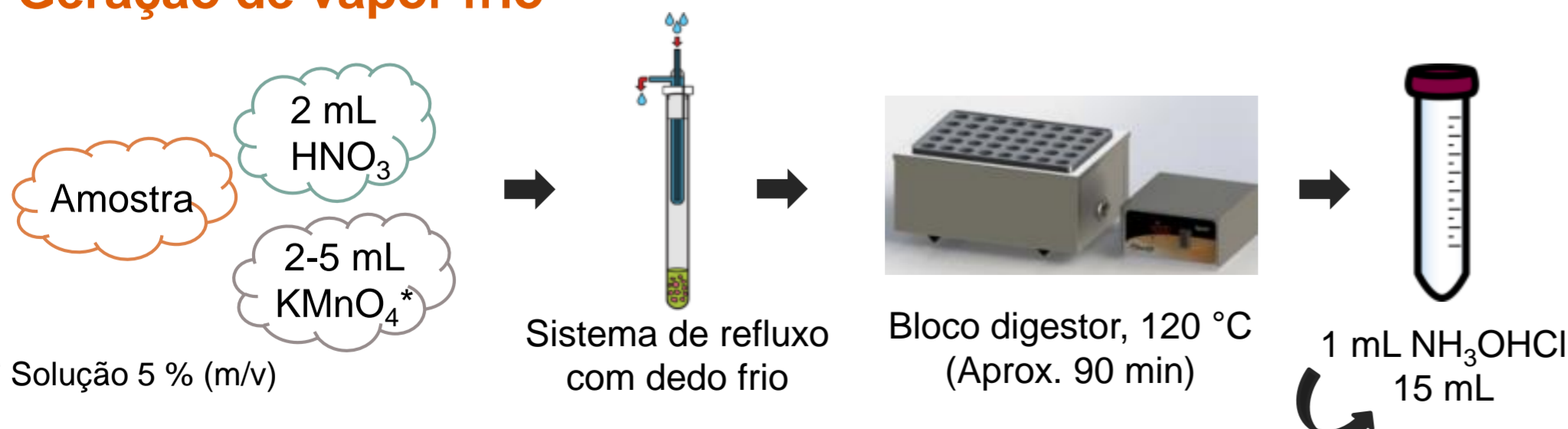
Analizador de Hg, Perkin Elmer, modelo FIMS 400
Fonte de radiação: lâmpada de baixa pressão de Hg
 $\lambda = 253,7 \text{ nm}$
Cela de absorção: tubo de quartzo (24 cm)

Sistemas de injeção em fluxo



Preparo de amostras

Geração de vapor frio



* Solução 5 % (m/v)

Geração de fotoquímica de vapor

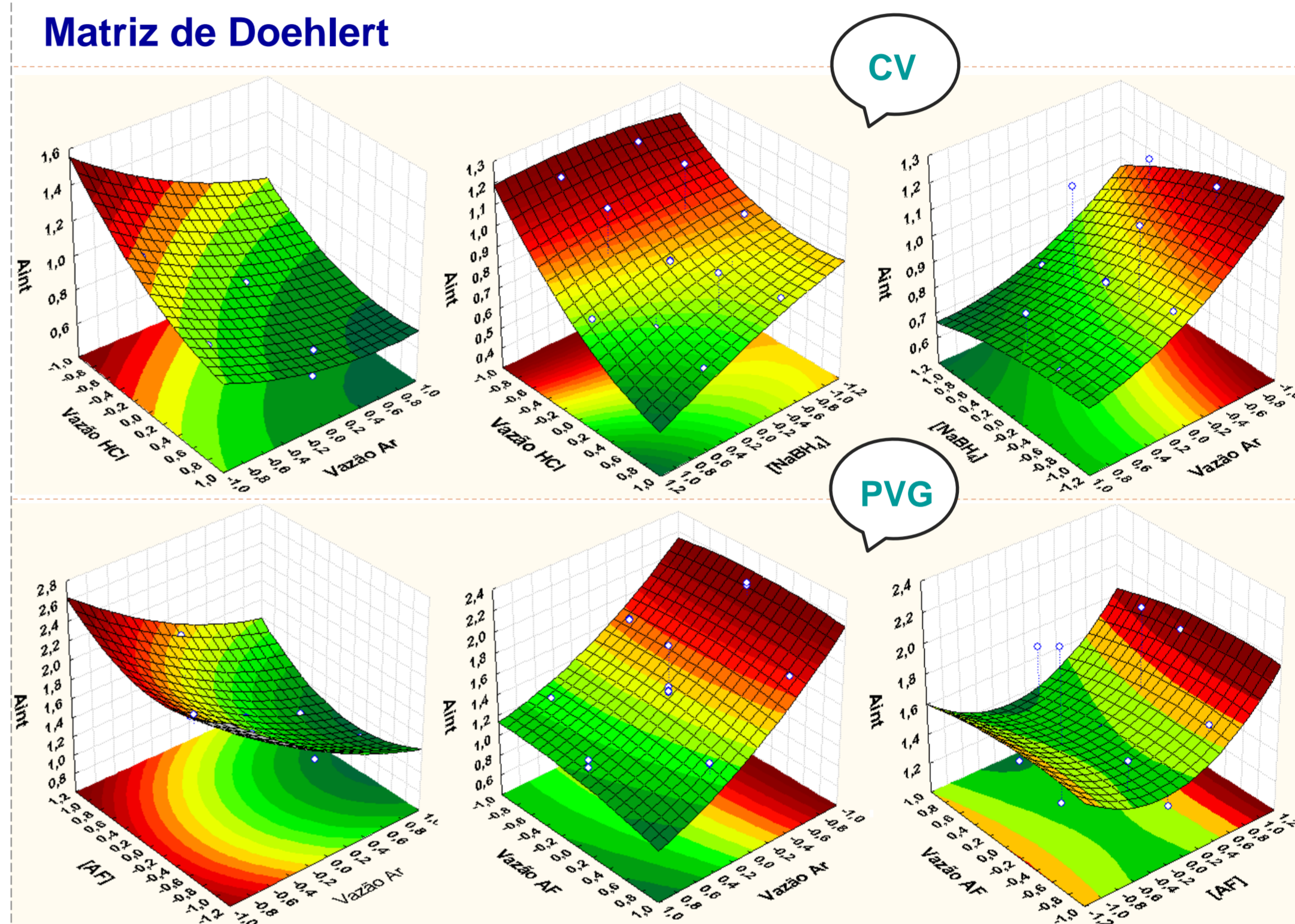


RESULTADOS

Planejamento 2ⁿ

Planejamento 2⁴ para a CV: O fator [HCl] não foi significativo.
Planejamento 2³ para a PVG: todos fatores foram significativos.

Matriz de Doehlert



Condições otimizadas

CV			PVG		
V _{Ar} / mL min ⁻¹	V _{HCl} / mL min ⁻¹	[NaBH ₄] / % (m/v)	V _{Ar} / mL min ⁻¹	V _{AF} / mL min ⁻¹	[AF] / % (v/v)
40	3	0,15	40	8	25

Parâmetros de mérito

Técnica	Regressão linear	R ²	LD / pg	LQ / pg	m ₀ / pg	RSD / %
CV	A _{int} =0,372m (ng) + 0,0267	0,9992	12	41	12	0,2 - 4,3
PVG	A _{int} =0,358m (ng) + 0,0150	0,9992	6	19	13	0,1 - 6,8

Avaliação da exatidão do método

Matriz	Certificado / µg g ⁻¹	Determinado ^a / µg g ⁻¹		t _{calculado}	
		PVG	CV	PVG	CV
CRM DOLT - 4	2,58 ± 0,22	2,43 ± 0,11	2,65 ± 0,045	2,44	2,69
Músculo de peixe ^b	1,03 ± 0,26	1,07 ± 0,031	1,08 ± 0,078	2,31	1,11
Tecido de atum ^b	3,03 ± 0,22	3,00 ± 0,11	3,32 ± 0,34	0,46	1,52

^a média ± desvio padrão (n=3)

^b materiais de referência

t_{crítico} = 4,30

CONCLUSÕES

A otimização multivariada dos métodos permitiu a determinação simples, exata e precisa de Hg em amostras de peixe através das técnicas CV-AAS e PVG-AAS. O planejamento por MD forneceu modelos matemáticos quadráticos com bons ajustes e pontos críticos de sela nos dois casos.

Agradecimentos: FAPERGS; CNPq