

4 MÉTODOS ANALÍTICOS UTILIZADOS NA QUANTIFICAÇÃO DE METAIS

Os métodos analíticos utilizados na caracterização química de amostras ambientais são variados. Os métodos clássicos, como a gravimetria e a volumetria exigem tempo e recursos humanos intensivos e, além disso, os seus limites de detecção não respondem às exigências impostas na atualidade.

Por isso, estes métodos foram substituídos por métodos instrumentais (Figura 2), como a espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS), com forno de grafite (GFAAS) e com geração de hidretos (HF-AAS), a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) e a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) (Ribeiro, 2006).

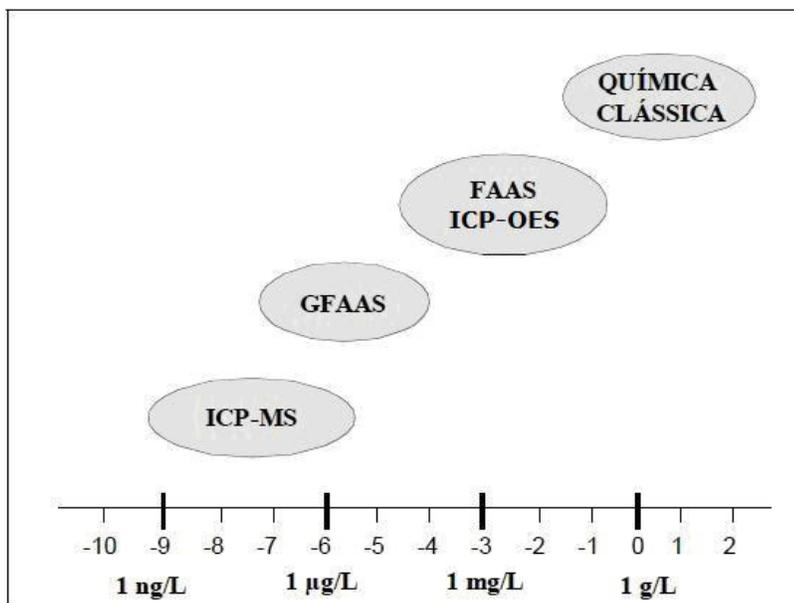


Figura 2. Capacidade analítica de alguns métodos (adaptado de (Ribeiro, 2006)).

É importante ressaltar que nos últimos 40 anos foram realizados o desenvolvimento (ou redescobrimto) de vários métodos, técnicas e procedimentos analíticos, com o objetivo, entre outros, de melhorar os limites de detecção disponíveis, devido ao crescente interesse relativo à análise de traços em amostras ambientais e biológicas e à alta toxicidade apresentada por alguns elementos, geralmente em concentrações na faixa de microgramas por quilograma, para alguns organismos, com o intuito de se estimar o impacto dessas concentrações no meio ambiente, principalmente no sistema aquático (Nordberg, Fowler *et al.*, 2007; Srogi, 2008).

A substituição, na absorção atômica, da chama por atomizadores eletrotérmicos, bem mais sensíveis, são exemplos desta evolução (Welz e Sperling, 1999). Outro exemplo foi a evolução do ICP OES para o ICP-MS.

Hoje em dia, ambas as técnicas (ICP OES e ICP-MS) convivem em seus respectivos campos de aplicação, mas não resta dúvida quanto ao salto de sensibilidade e de limites de detecção trazido pelo ICP-MS (Bocca, Conti *et al.*, 2007; Nordberg, Fowler *et al.*, 2007).

4.1.

Espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS)

A espectrometria de massas é uma técnica analítica instrumental que permite separar espécies iônicas pela razão entre a massa e a carga (Giné-Rosias, 1999), utilizando como fonte de ionização um plasma de argônio de energia alta (até 1,5 kW) e, como detector, um espectrômetro de massa de alta ou baixa resolução (setores magnético e elétrico, ou quadrupolo), apresentando como principal vantagem a possibilidade de análise multielementar (e isotópica) sequencial rápida, aliada à alta sensibilidade (Chaves, 2008).

Esta técnica permite determinar muitos elementos da tabela periódica (cerca de 90%), com limites de detecção na ordem de 0,001 $\mu\text{g L}^{-1}$ a 0,1 $\mu\text{g L}^{-1}$ (Chaves, 2008) e pode ser considerada universal, pois serve para analisar misturas de substâncias sólidas, líquidas e gasosas e, também consegue detectar e separar as espécies na presença de matrizes complexas (Giné-Rosias, 1999).

Um espectrômetro de massas com plasma indutivamente acoplado é composto principalmente por um sistema de introdução de amostras (normalmente um nebulizador); uma fonte de íons, neste caso o plasma acoplado (ICP), que é uma fonte de alta temperatura que promove a ionização; a interface, que promove a transferência dos íons para um sistema analisador de massas (quadrupolo) e um sistema de detecção dos íons (detector multiplicador de elétrons).

A espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado tem sido amplamente descrita na literatura (Montaser, 1998) e já foi assunto de dissertações e teses defendidas neste departamento de Química da PUC. Portanto, não serão abordados aqui os fundamentos desta técnica.