

EMPREGO DA AMOSTRAGEM DE SUSPENSÃO NA DETERMINAÇÃO DE Cu E Zn EM LAPA ANTÁRTICA E Ni EM SEDIMENTO DE RIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM CHAMA**Flávia de Lima Alves, Wilson de Figueiredo Jardim, Solange Cadore, Marco Aurélio Zezzi Arruda***

Departamento de Química Analítica, Universidade Estadual de Campinas, CP 6154, 13083-970 Campinas - SP

Patricia Smichowski

Comisión Nacional de Energía Atómica, Unidad de Actividad Química, Centro Atómico Constituyentes, Av. Libertador 8250, 1429-Buenos Aires - Argentina

Julieta Marrero

Comisión Nacional de Energía Atómica, Unidad de Actividad Geológica, Centro Atómico Ezeiza, Av. Libertador 8250, 1429-Buenos Aires- Argentina

Recebido em 29/8/00; aceito em 27/4/01

USE OF SLURRY SAMPLING IN THE DETERMINATION OF Cu AND Zn IN ANTARCTIC LIMPETS AND Ni IN RIVER SEDIMENT BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY. In order to demonstrate the feasibility of slurry sampling for environmental studies, different methodologies were developed for Cu and Zn in antarctic limpets and Ni in river sediment with FAAS detection. Studies focusing particle size, acid concentration, slurry stability, selectivity, among others were carried out in order to define the better conditions for slurry analysis. A study related to the depth profile for Ni in the Atibaia River sediment was made after optimization conditions for this element. For accuracy check, certified reference material was used as well as decomposition with microwave oven.

Keywords: antarctic limpets; river sediment; flame atomic absorption spectrometry; slurry.

INTRODUÇÃO

A maioria das análises realizadas em materiais sólidos através da espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) requer a dissolução total das amostras, podendo-se aumentar o tempo de análise e o risco de contaminações. Por estas razões, há um crescente interesse em implementar processos analíticos que tenham como objetivo a simplificação das análises, principalmente no que diz respeito a diminuição de custos, redução da participação humana e minimização das etapas de preparo das amostras. Desta maneira, com o intuito de se obter tais características, a introdução de amostra na forma de suspensão é uma alternativa que vem sendo utilizada para determinar diversos elementos em diferentes matrizes¹⁻⁶. Algumas revisões, sobre este tema, têm sido reportadas na literatura⁷⁻⁹.

A amostragem de suspensões foi proposta por Brady *et al.*^{10,11} em 1974 combinando as vantagens da amostragem sólida e líquida¹². Suas principais características incluem a simplificação do pré-tratamento da amostra, bem como evita/minimiza a contaminação, diminuindo consideravelmente a perda de analitos voláteis, além de diminuir custos e o uso de reagentes frequentemente perigosos. Este procedimento também permite que sejam usados padrões aquosos para a construção da curva analítica¹³ e/ou métodos de adição de analito^{8,14}.

O tamanho de partícula e a falta de homogeneidade da amostra são fatores que podem afetar a precisão e a exatidão das análises, quando a amostragem de suspensão é utilizada. O tamanho de partícula é um fator crítico no preparo das suspensões e, portanto, os erros de quantificação podem ser minimizados quando se trabalha com pequenos tamanhos de partícula^{15,16}.

A amostragem de suspensão associada à técnica de espectrometria de absorção atômica com chama foi primeiramente apli-

cada por Willis¹⁷, que determinou vários metais (ex. Co, Ni, Cu, Zn, Mn e Pb) em amostras geológicas.

O objetivo deste trabalho foi a utilização da técnica de espectrometria de absorção atômica com chama aliada à amostragem de suspensão para o desenvolvimento de metodologias aplicadas à determinação de metais em diferentes matrizes ambientais (sedimento e lapa antártica).

MATERIAIS E MÉTODOS**Instrumental**

Para a determinação de Cu e Zn nas suspensões e nas amostras mineralizadas de lapa e para a determinação de níquel nas suspensões foi utilizado um espectrômetro de absorção atômica com chama AAnalyst 300 Perkin-Elmer (Norwalk, EUA), equipado com lâmpada de deutério para a correção de fundo. Lâmpadas de cátodo oco (Perkin-Elmer, Darmstadt, Alemanha) de Cu, Zn e Ni foram usadas como fonte de radiação. As condições experimentais utilizadas na determinação de Cu e Zn, nas amostras de lapa foram aquelas recomendadas pelo fabricante e na determinação de níquel, as vazões de ar e C₂H₂ foram otimizadas utilizando-se 8,8 e 1,8 L/min, respectivamente.

Para a determinação de Ni nas amostras mineralizadas de sedimento de rio, foi utilizado um espectrômetro de emissão ótica em plasma com acoplamento induzido 3000 DV (Perkin-Elmer, Norwalk, EUA), nas condições de operação recomendadas pelo fabricante.

Para a mineralização das amostras de lapa e de sedimento de rio, foi utilizado um forno de microondas QCI, modelo QW - 3000 (Mississauga, Canadá), com potência nominal de 1200 W, equipado com um sensor de pressão e temperatura, e um magnetron operando na frequência de 2450±13 MHz.

Um banho de ultra-som Cole Parmer, modelo 8890 (Vernon Hills, Illinois, EUA), foi usado para a homogeneização das suspensões de lapa e de sedimento de rio antes da introdução das mesmas no sistema de nebulização do FAAS.

*e-mail: zezzi@iqm.unicamp.br

Soluções e reagentes

Todas as soluções foram preparadas com reagentes de grau analítico (Merck, Darmstadt, Alemanha) e água desionizada de alta pureza (resistividade $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}^{-1}$) purificada através do sistema Milli-Q (Millipore, Bedford, EUA). Soluções estoque de 1000 mg/L de Cu, Ni e Zn foram preparadas a partir de suas formas metálicas (99,99% e 99,7% de pureza) e de sua forma salina $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, respectivamente.

As soluções de referência, para obtenção da curva analítica, foram preparadas diariamente através de diluição serial das soluções estoque em HNO_3 $1,0 \text{ mol/L}$ (v/v) para a determinação de Cu e Zn em amostras de lapa, e em HCl $2,0 \text{ mol/L}$ (v/v) + NH_4Cl 2% (m/v) para a determinação de Ni em amostras de sedimento de rio. O efeito dos concomitantes foi investigado para as amostras de sedimento de rio, a partir de soluções estoque contendo 1000 mg/L de: Cr^{6+} a partir de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, Cu^{2+} e Mn^{4+} a partir de suas formas metálicas (99,99% e 99,0%, respectivamente), Al^{3+} a partir de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, Ca^{2+} a partir de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, Mg^{2+} a partir de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, K^+ a partir de KNO_3 , Pb^{2+} a partir de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, Zn^{2+} a partir de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ e Fe^{3+} a partir de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Todas as soluções foram preparadas em HCl $2,0 \text{ mol/L}$ (v/v) + NH_4Cl 2% (m/v), e suas concentrações ajustadas para o teste de seletividade (Tabela 1).

Tabela 1. Faixa de concentração empregada (mg/L) dos concomitantes para as amostras de sedimento de rio.

Espécie	Faixa de conc.	Espécie	Faixa de conc.
Cr^{6+}	0,40 – 1,50	Mg^{2+}	40,0 – 130
Mn^{2+}	2,00 – 8,00	Pb^{2+}	0,10 – 0,50
Zn^{2+}	0,50 – 2,00	Cu^{2+}	0,10 – 0,40
Al^{3+}	230 – 800	Fe^{3+}	200 – 700
Ca^{2+}	200 – 700	K^+	85,0 – 290

Amostras

Coleta e preparo das amostras de lapa antártica (*Nacella concinna*)

As lapas foram coletadas manualmente nas imediações de Potter Cove, nas Ilhas King Georg, e South Shetland, Antártica, no verão austral e na época de maré baixa. Os moluscos recolhidos, foram transferidos para frascos de polietileno, previamente limpos, e imediatamente congelados a -20°C até a chegada do material na base Argentina. Nestas condições de temperatura, as amostras foram levadas até o Instituto Antártico Argentino (Buenos Aires) onde foram descongeladas, separadas de suas conchas e só o molusco foi seco em estufa até massa constante. Depois da secagem, o material foi triturado e acondicionado em frascos limpos para posterior determinação dos metais.

Coleta e preparo das amostras de sedimento de rio

A coleta foi feita em três diferentes rios: Atibaia, Branco e Tietê. No Rio Atibaia a coleta foi feita em fevereiro de 1998, no ponto AT 2065, que é um ponto de coleta de água da Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental (CETESB). Este ponto de coleta encontra-se sob a ponte do Rio Atibaia situado na divisa dos municípios de Campinas-Valinhos, no Estado de São Paulo, segundo referências de latitude $\text{S } 22^\circ 44' 43''$ e longitude $\text{W } 47^\circ 09''$, cedidas pela CETESB.

O Rio Branco, verdadeiramente denominado Lagoa Marginal Inundável, está localizado no Amazonas, e a coleta realizou-se em janeiro de 1999 (época de seca) e o ponto coletado situa-se exatamente na latitude $\text{S } 01^\circ 14''$ e longitude $\text{W } 61^\circ 50'$.

No Rio Tietê, localizado no estado de São Paulo, a coleta realizou-se na Represa de Barra Bonita, em fevereiro de 1998, e o ponto de coleta situa-se na latitude $\text{S } 22^\circ 29'$ e longitude $\text{W } 48^\circ 34'$.

A coleta nos três rios foi realizada com um amostrador de testemunho e, imediatamente após coletados os sedimentos, estes foram colocados em bolsas plásticas e acondicionados a 4°C até a sua chegada no laboratório. No caso do Rio Atibaia, no momento da coleta, a amostra foi repartida em sete partes iguais (5 cm), de acordo com a profundidade e cada uma delas recebeu o mesmo tratamento descrito acima, até o recebimento no laboratório.

Uma vez no laboratório, o sedimento, ainda molhado, foi separado dos galhos, folhas e pedras em peneira de nylon de malha grossa (2 mm). Em seguida, foi colocado para secar em estufa a 50°C até massa constante. O sedimento, já seco, foi triturado e peneirado em tamizes de 38, 53, 63 e $75 \mu\text{m}$. Depois de empregar este procedimento, os sedimentos dos diferentes rios foram estocados em frascos plásticos.

Material Certificado de Referência

Para avaliar o método proposto, um material certificado de referência (NIST – National Institute of Standards and Technology SRM 1646a – Estuarine Sediment) foi utilizado para as amostras em suspensão, na fase líquida e mineralizadas em forno de microondas.

Procedimento experimental

Preparo das suspensões de lapa (*Nacella concinna*)

Para a determinação de Cu e Zn foram preparadas suspensões pesando-se 250 mg de lapa, que foram transferidas para um béquer de 50 mL . Após a adição de 15 mL de HNO_3 1 mol/L (v/v) as amostras foram sonicadas em banho de ultrassom durante 15 min . Em seguida as suspensões foram transferidas para balões volumétricos de $25,00 \text{ mL}$, o volume aferido com HNO_3 $1,0 \text{ mol/L}$ (v/v) e, após, Cu e Zn foram determinados por FAAS.

Decomposição das lapas em forno de microondas

Uma massa de 500 mg de amostra seca foi pesada e transferida para frasco de PTFE, com capacidade para 100 mL . Adicionaram-se ao frasco 10 mL de HNO_3 concentrado e aplicou-se um programa de aquecimento à 100% da potência do forno e temperatura de 170°C com um tempo de rampa de 10 min e um tempo de patamar de 15 min . Depois de realizada a decomposição, as amostras foram evaporadas em chapa cerâmica até quase seca. Neste ponto, a amostra foi retomada em HNO_3 2% (v/v), completando-se o volume para $25,00$ e $50,00 \text{ mL}$, em balão volumétrico, para Cu e Zn, respectivamente.

Preparo das suspensões de sedimento

Para a determinação de níquel, as suspensões foram preparadas pesando-se 600 mg de amostra + $0,5 \text{ g}$ de NH_4Cl , e as massas transferidas para um béquer de 50 mL e adicionando-se $20,00 \text{ mL}$ de HCl $2,0 \text{ mol/L}$ (v/v), sendo que as amostras foram sonicadas em banho de ultra-som durante 15 min . Após esse procedimento, a amostra foi transferida para balões volumétricos de $25,00 \text{ mL}$ e o volume aferido com HCl $2,0 \text{ mol/L}$ (v/v).

Preparo da fase líquida

A fase líquida foi obtida pelo mesmo procedimento utilizado no item anterior, filtrando-se a suspensão em filtro Wattman de filtração rápida, e só a fase líquida foi aspirada no FAAS.

Decomposição das amostras de sedimento em forno de microondas

O procedimento utilizado para a realização da decomposição das amostras foi feito pesando-se 750 mg de sedimento seco para a determinação de Ni. A massa foi transferida para frascos de PTFE, com capacidade para 100 mL . Adicionaram-se às amostras, 15 mL da mistura digestora constituída de água régia e HF ($10:5$ v/v), cujo programa do forno utilizado para a

mineralização das amostras está descrito na Tabela 2. Depois de realizada a decomposição, as amostras foram evaporadas em chapa cerâmica, com cerca de 2 g de H_3BO_3 , para eliminação do HF, até quase *secura*. Neste ponto, a amostra foi retomada em HNO_3 2% (v/v), onde completou-se o volume para 25,00 mL em balão volumétrico, para posterior determinação por espectrometria de emissão ótica em plasma com acoplamento induzido (ICP OES).

Tabela 2. Programa do forno de microondas utilizado na decomposição das amostras de sedimento de rio ($T_{lim} = 190^\circ C$ e $P_{lim} = 350$ psi)

Etapa	Potência (W)	Tempo (min)
1	200	3
2	400	5
3	600	5
4	700	20
5	80	2

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Estabilidade da Suspensão

Considerando que um maior número de partículas reduz erros de amostragem¹⁶, é prudente obter pequenos tamanhos de partícula, uma vez que isso resultará em um maior número destas que poderão chegar até a chama. De acordo com alguns autores, com o uso de partículas menores que 25 μm obtêm-se melhores resultados¹⁶. Neste trabalho, tamanhos de partícula de 75, 63, 53 e 38 μm foram estudados para as amostras de sedimento de rio, utilizando-se aquele proveniente do Rio Atibaia. Quando empregaram-se tamanhos de partícula maiores que 53 μm , foi observado um decréscimo significativo da concentração do analito quando comparado com tamanhos de partículas menores que 53 μm . Os melhores resultados para a determinação de níquel foram observados quando diâmetros de partícula iguais ou menores que 53 μm foram empregados, independente das concentrações de ácido usadas (Figura 1).

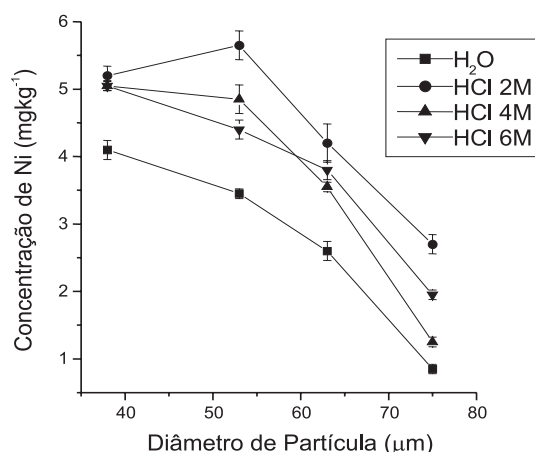


Figura 1. Efeito do diâmetro de partícula e da concentração de ácido clorídrico na determinação de níquel em suspensões de sedimento de rio.

Para as amostras de lapa, não foi realizado um estudo com relação ao tamanho de partícula. Optou-se em utilizar diretamente um diâmetro de 63 μm , em virtude de estudos realizados previamente¹⁸. Utilizando este tamanho de partícula as recuperações para Cu e Zn foram de 94,9 e 101%, respectivamente.

O uso de agentes tixotrópicos, tais como, Triton X-100¹⁶, Viscalex¹², Glicerol¹⁹ entre outros, é recomendado para estabilizar e homogeneizar a suspensão. Neste trabalho a presença de Triton X-100 não melhorou o sinal analítico em nenhuma das amostras. Portanto, utilizando somente agitação ultra-sônica por 15 minutos, e agitando-se manualmente a suspensão, imediatamente antes da sua introdução no sistema de nebulização do FAAS, foi o suficiente para estabilizar a suspensão no momento da quantificação de Ni nos sedimentos dos rios, e da quantificação de Cu e Zn nas amostras de lapa.

Deve-se destacar que o uso da agitação ultra-sônica e de pequenos tamanhos de partículas foi de grande valia neste trabalho, já que a densidade do material de lapa é de *ca.* 0,30 g/cm^3 e entre 1,8 a 2,6 g/cm^3 para o sedimento²⁰. Desta forma, enquanto que a amostra de lapa permanecia estável por mais tempo devido a sua baixa densidade, as amostras de sedimento decantavam mais rapidamente (*ca.* 0,007 cm/s). Assim sendo, ao escolhermos um tamanho de partícula de 53 μm para o sedimento e de 63 μm para a amostra de lapa, estávamos assumindo um compromisso entre o tempo de decantação do material, tempo de leitura do equipamento e da recuperação do metal nestes materiais.

Efeito da concentração dos ácidos usados no preparo das suspensões

Neste trabalho, as amostras de sedimento de rio para a determinação de níquel foram suspensas em ácido clorídrico e, para as amostras de lapa, foi usado ácido nítrico, já que na literatura, é reportado o uso de soluções ácidas no preparo das suspensões^{7,21,22}. Os ácidos nítrico e clorídrico foram escolhidos como meio de suspensão, considerando a minimização de interferências provocada por esses ácidos, quando utilizados em espectrometria de absorção atômica com chama. As suspensões foram preparadas na ausência e na presença de HNO_3 ou HCl, até uma concentração máxima de 6,0 mol/L.

Para as amostras de sedimento de rio, a melhor recuperação obtida para o níquel (51%), foi quando se utilizou HNO_3 2,0 mol/L (v/v) + NH_4Cl 2% (m/v). Como os resultados da recuperação se apresentaram insatisfatórios, é possível que este elemento estivesse formando $Ni(NO_3)_2$, utilizado, em alguns casos, como modificador químico em ETAAS^{23,24}. Neste caso, foi necessária a escolha de um outro ácido como um meio alternativo para o preparo da suspensão na determinação deste metal. Realizou-se um novo estudo da acidez utilizando-se, agora, HCl nas mesmas concentrações já anteriormente empregadas. Com este novo estudo, constatou-se que as melhores respostas foram obtidas para o níquel (Figura 1) quando HCl 2,0 mol/L (v/v) foi usado como meio para a suspensão.

Um outro experimento foi realizado somente na fase líquida da suspensão, para as amostras de sedimento de rio, através de uma filtração, com o objetivo de facilitar a introdução da amostra no espectrômetro e comprovar a necessidade de partículas sólidas no momento da atomização. Desta forma, quando somente a fase líquida foi analisada, observou-se uma severa diminuição na recuperação do níquel para 50%. Este experimento é um indicativo de que, embora a concentração do ácido seja relativamente alta, não ocorre a extração total do metal para a fase líquida, tornando-se também necessária a introdução das partículas sólidas para uma quantificação correta do analito em estudo.

Para o material antártico, realizou-se o teste de acidez somente na presença de HNO_3 em diferentes concentrações que variaram de 0,014 a 4,0 mol/L (v/v). Observou-se que com HNO_3 0,014 mol/L (v/v) ocorreu uma recuperação de 98 % para Zn, mas para o Cu a recuperação ficou em torno de 41%. Por esta razão, aumentou-se a concentração do ácido para 1, 2 ou 4 mol/L. Quando utilizou-se um meio de suspensão nestas três concentrações, não foi observada diferença significativa na recuperação para Cu e Zn. Assim sendo, elegeu-se uma concentração de

1,0 mol/L (v/v) para o preparo das suspensões (Figura 2) porque, além de praticamente se obter recuperação total dos dois analitos (96 % para Cu e 103 % para Zn), foi mais seguro e econômico trabalhar com soluções menos concentradas.

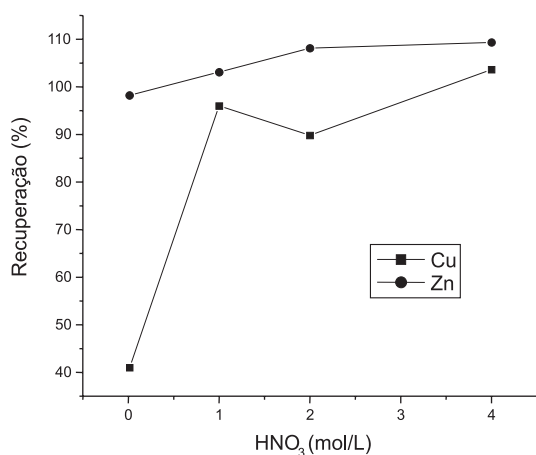


Figura 2. Efeito da concentração de ácido nítrico na determinação de Cu e Zn em suspensões de lapa antártica.

Seletividade

Foram observadas interferências químicas, na determinação de níquel na matriz de sedimento de rio. Com o intuito de solucionar este problema e melhorar a recuperação do analito estudado, NH₄Cl foi usado para aumentar a volatilidade de compostos indesejáveis, ou seja, possíveis concomitantes aniônicos, porque sais de amônio se decompõem a temperaturas menores que 400°C e o agente também pode alterar a via de atomização na chama através do íon Cl⁻^{25,26}. A partir da adição de NH₄Cl, as recuperações para o Ni que anteriormente se encontravam em torno de 49%, melhoraram sobremaneira, passando a ser de *ca.* de 95%.

Foram avaliados os efeitos dos concomitantes empregando-se uma solução de níquel na concentração de 548 µg/L, preparada na presença de HCl 2,0 mol/L (v/v) + NH₄Cl 2% (m/v) e dopada com os concomitantes em uma faixa de concentração descrita na Tabela 1. Esta faixa foi estabelecida, levando-se em conta as concentrações dos diferentes metais declaradas na página de informação do material certificado (Estuarine Sediment), e que foi usado para checar a exatidão do método. A recuperação para o níquel não foi afetada por nenhum íon adicionado.

Características Analíticas

Os limites de detecção e quantificação foram calculados seguindo a norma da IUPAC²⁷, através de 10 diferentes medidas do sinal do branco. Os limites de detecção e quantificação para o níquel, nas amostras de sedimento de rio, e Cu e Zn nas amostras de lapa, foram de 27,3 e 99,9 µg/L; 4,3 e 14,5 µg/L; 3,0 e 9,7 µg/L, respectivamente. As faixas lineares para Ni, Cu e Zn foram de 300 - 2500 µg/L para Ni, de 100 - 2000 µg/L para o Cu e de 100 - 1000 µg/L para o Zn. Os desvios padrão relativos podem ser considerados satisfatórios tanto para as amostras de lapa quanto para sedimento (RSD *ca.* 2% e de *ca.* 5%, respectivamente para n=5), uma vez considerada a complexidade das matrizes envolvidas neste estudo.

APLICAÇÕES

Para avaliar a exatidão do método, os resultados obtidos para níquel em sedimento de rio foram comparados com um

material de referência certificado (Tabela 3) e para as amostras de lapa, os resultados foram comparados com uma metodologia alternativa de preparo de amostra (decomposição assistida por microondas, Tabela 4), e também com os resultados obtidos pela Comisión Nacional de Energía Atómica (Buenos Aires, Argentina). O teste-*t* foi aplicado no conjunto de resultados e nenhuma diferença significativa foi encontrada para um intervalo de confiança de 95%.

Tabela 3. Comparação dos resultados (mg/kg) da determinação de níquel nas amostras de sedimento de rio, em suspensão e mineralizadas (n=5)

Amostras	Suspensão	Mineralizado*	Valor de referência**
Rio Atibaia	11,5 ± 0,3	12,6 ± 0,3	-
Rio Branco	28,2 ± 1,3	29,6 ± 0,6	-
Rio Tietê	47,1 ± 0,9	49,2 ± 0,6	-
Estuarine Sediment	20,8 ± 0,6	22,2 ± 1,1	23

* ICP OES

** Valor recomendado, não certificado

Tabela 4. Comparação dos resultados (mg/kg) para as amostras na forma de suspensão e mineralizadas de lapa (n=5).

Elemento	Suspensão	Mineralizado
Cu	26,0±0,5	28,3±0,8
Zn	64,7±1,7	64,6±2,4

Análise do perfil de profundidade para o sedimento do Rio Atibaia

A metodologia proposta foi aplicada à amostra de sedimento do Rio Atibaia, onde coletou-se um perfil de profundidade de 35 cm, repartido em 7 frações iguais de 5 cm cada. A determinação da concentração de Ni neste perfil pode ser uma ferramenta útil com relação à deposição histórica deste metal²⁸. Isso quer dizer que quanto mais profundo o sedimento for coletado, este corresponderá a época temporal mais antiga. Desta maneira, o níquel foi determinado por FAAS em cada uma destas frações. Os resultados obtidos mostraram que as maiores concentrações de níquel encontram-se a uma profundidade de 15 e 25 cm e a menor concentração a uma profundidade de 20 cm, o que nos leva a crer que em anos mais recentes houve um incremento considerável da concentração de níquel, provavelmente em virtude do crescimento tecnológico, industrial e populacional. A principal utilidade destes resultados é a interpretação que pode ser feita quanto a variação vertical ao longo do perfil. Entretanto, uma melhor avaliação apenas será possível a partir da datação destes sedimentos com traçadores como ²¹⁰Pb ou ¹³⁷Cs²⁸. Apesar desta datação não ter sido realizada no presente trabalho, foi demonstrada aqui a potencialidade do emprego da amostragem de suspensões, também neste tipo de estudo.

CONCLUSÃO

A metodologia desenvolvida neste trabalho para a determinação de Ni em amostras de sedimento de rio e determinação de Cu e Zn nas amostras de lapa antártica, mostrou-se efetiva e, devido aos bons resultados, abre a possibilidade de empregá-la a outras matrizes. Geralmente estudos envolvendo amostras ambientais requerem um grande número de amostras, tornando estes estudos caros e a obtenção dos resultados demorada. Desta maneira, utilizando a amostragem de suspensão aliada a

espectrometria de absorção atômica com chama, foi possível obter características vantajosas no que se refere ao desenvolvimento de metodologias analíticas mais rápidas, efetivas e de baixo custo, utilizadas para o monitoramento da contaminação ambiental ou estudo do perfil de profundidade em amostras de sedimento.

AGRADECIMENTOS

Os autores F.L.A. e M.A.Z.A. agradecem ao CNPq pelas bolsas concedidas, à FAPESP (processo n° 1998/16548-3) e ao CNPq/PADCT-III (processo n° 62.0193/97-2-QEQ) pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

1. Ebdon, L.; Wilkinson, J. R.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1987**, *2*, 325.
2. Miller-Ihli, N. J.; *Fresenius' J. Anal. Chem.* **1990**, *337*, 271.
3. Cabrera, C.; Madrid, Y.; Cámara, C.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1994**, *9*, 1423.
4. Januzzi, G. S. B.; Krug, F. J.; Arruda, M. A. Z.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1997**, *12*, 375.
5. Bermejo-Barrera, P.; Moreda-Piñero, A.; Moreda-Piñero, J.; Bermejo-Barrera, A.; *Talanta* **1998**, *45*, 1147.
6. Mierzwa, J.; Sun, I-Ch; Yang, M-H.; *Spectrochim. Acta* **1998**, *53B*, 63.
7. Bendicho, C.; De Loos-Vollebregt, M. T. C.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1991**, *6*, 353.
8. Miller-Ihli, N. J.; *Anal. Chem.* **1992**, *64*, 964A.
9. Magalhães, C. E. C.; Arruda, M. A. Z.; *Quim. Nova* **1998**, *21*, 459.
10. Brady, D. V.; Montalvo, J. G.; Jung, J.; Curran, R. A.; *At. Absorpt. Newslett.* **1974**, *13*, 118.
11. Brady, D. V.; Montalvo, J. G.; Glowacki, G.; Pisciotta, A.; *Anal. Chim. Acta* **1974**, *70*, 448.
12. Stephen, S. C.; Littlejohn, D.; Ottaway, J. M.; *Analyst* **1985**, *110*, 1147.
13. Arruda, M. A. Z.; Gallego, M.; Valcárcel, M.; *Quim. Anal.* **1995**, *14*, 17.
14. Langmyr, F. J.; *Analyst* **1979**, *104*, 993.
15. Majidi, V.; Holcombe, J. A.; *Spectrochim. Acta* **1990**, *45B*, 753.
16. Miller-Ihli, N. J.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1994**, *9*, 1129.
17. Willis, J. B.; *Anal. Chem.* **1975**, *47*, 1752.
18. Alves, F. L.; Smichowski, P.; Farías, S.; Marrero, J.; Arruda, M. A. Z.; *J. Braz. Chem. Soc.*, **2000**, *11*, 365.
19. Miller-Ihli, N. J.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1988**, *3*, 73.
20. López-García, I.; Arroyo-Cortéz, J.; Hernandez-Córdoba, M.; *Talanta* **1993**, *40*, 1677.
21. Kurfürst, U. *Solid Sample Analysis*. Springer-Verlag, Berlin, 1998.
22. Bautista, M. A.; Pérez-Sirvent, C.; López-García, I.; Hernandez-Córdoba, M.; *Fresenius' J. Anal. Chem.* **1994**, *350*, 359.
23. López-García, I.; Sánchez-Merlos, M.; Hernandez-Córdoba, M.; *J. Anal. At. Spectrom.* **1996**, *11*, 1003.
24. López-García, I.; Sánchez-Merlos, M.; Hernandez-Córdoba, M.; *Spectrochim. Acta* **1997**, *52B*, 437.
25. Price, W. J.; *Analytical Atomic Spectrometry*, 2nd ed.; Heyden & Sons Ltd. , London, 1978.
26. Ng, K. C.; Caruso, J. A.; *Analyst* **1983**, *198*, 476.
27. Analytical Methods Committee; *Analyst* **1987**, *112*, 199.
28. Von Gunten, H. R.; Sturm, M.; Moser, R. N.; *Environ. Sci. Technol.* **1997**, *31*, 2193.