

Estudos para determinação de Hg em glicerina por CV AAS.

Meibel T. Lisboa (PG)*, Caroline D. Clasen (PG), Jordana B. Griep (IC), Anderson S. Ribeiro¹ (PQ), Mariana A. Vieira (PQ)

¹Universidade Federal de Pelotas, Programa de Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química, Campus Capão do Leão, RS. *meibellisboa@hotmail.com

Palavras Chave: Glicerina, geração química de vapor, SnCl₂, mercúrio.

Introdução

A glicerina é um líquido oleoso, incolor, viscoso e de sabor doce, não tóxico, solúvel em álcool e água. Possui propriedades estabilizante, antioxidante, amaciante, emulsificante e umectante. É o principal co-produto do processo de transesterificação do biodiesel e apresenta impurezas provenientes dos reagentes e catalisadores, que podem inviabilizar sua utilização na forma bruta em que se encontra.^{1,2} O mercúrio (Hg) é um elemento altamente tóxico e pode ser encontrado no meio ambiente por meio de emissões de forma natural ou por ações antropogênicas.³ Por conta disso, são necessários métodos analíticos confiáveis que permitam monitorar esses contaminantes e garantir a qualidade da glicerina. Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi realizar estudos envolvendo a geração química de vapor para determinação de Hg em amostras de glicerina.

Resultados e Discussão

As amostras utilizadas foram de grau farmacêutico, com diferentes purezas: Glicerina 1 (99,5%) e Glicerina 2 (85,0%). Para a redução química da espécie de Hg²⁺ para Hg⁰, foi utilizado SnCl₂ como agente redutor em meio de HCl. As soluções foram transportadas por uma bomba peristáltica e a vazão de gás argônio foi controlada por um fluxômetro. Para o preparo das amostras, cerca de 5,0 g de glicerina foram pesadas em tubos de 50,0 mL seguido da adição de 750 µL de HCl bidestilado e aferidas com água deionizada. As soluções de calibração foram preparadas do mesmo modo, utilizando padrão inorgânico de Hg²⁺. A concentração do agente redutor SnCl₂ foi otimizada em um intervalo de 0,25 a 3,0 % (v/v), com soluções de calibração e amostras contendo 5 µg L⁻¹ Hg, sendo que a melhor condição foi de 0,5 % (v/v). Da mesma forma, a concentração de HCl foi otimizada em um intervalo de 0 a 4,0 % (v/v) sendo que a melhor condição foi de 1,5 % (v/v). Por último, o efeito da vazão do gás carreador foi avaliado através de um fluxômetro, que variou de 43,1 a 95,4 mL min⁻¹, sendo escolhida uma vazão de 51,7 mL min⁻¹. As curvas de calibração foram construídas com padrão de Hg²⁺ em meio de HCl 1,5 % (v/v) e na presença da matriz de modo a

avaliar possíveis interferências. A faixa linear de calibração foi de 2,5 a 10,0 µg L⁻¹.

Os parâmetros de mérito obtidos estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros de mérito

	a (µg L ⁻¹)	R	LD ^a (µg L ⁻¹)	LQ (µg L ⁻¹)
Glicerina 1 (99,5 %)	0,0313	0,999	1,43	4,76
Glicerina 2 (85,0 %)	0,0312	0,999	0,85	2,85
Calibração Externa	0,0305	0,999	0,04	0,12

a: Coeficiente angular; R: Coeficiente de correlação; LD: Limite de detecção instrumental; LQ: Limite de quantificação.

Foram obtidas boas linearidades com R>0,999 e sensibilidades semelhantes, demonstrando a inexistência do efeito de matriz. A exatidão foi avaliada com testes de adição, com Hg²⁺ em concentrações de 2,5 a 10,0 µg L⁻¹ e os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados de recuperação de Hg²⁺ obtidos em amostras de glicerina. (n=3)

Adições (µg L ⁻¹)	Concentração ± SD (µg L ⁻¹)	Recuperação (%)
2,5		
Glicerina 1	2,387 ± 0,002	95,5
Glicerina 2	2,404 ± 0,034	96,1
5,0		
Glicerina 1	5,078 ± 0,014	101,6
Glicerina 2	5,087 ± 0,013	101,7
7,5		
Glicerina 1	7,612 ± 0,002	101,5
Glicerina 2	7,591 ± 0,011	101,2
10,0		
Glicerina 1	9,815 ± 0,013	98,1
Glicerina 2	9,905 ± 0,016	99,1

Os valores de concentração para as amostras foram: glicerina 1 (0,036 µg L⁻¹) e glicerina 2 (0,003 µg L⁻¹) e ambas ficaram abaixo do LD. Os valores de desvio-padrão relativo (RSD) ficaram menores que 1,4%.

Conclusões

A redução química utilizando SnCl₂ combinada com a técnica CV AAS mostrou-se eficiente para determinação de Hg em glicerina. Certamente, o método pode ser aplicado para amostras oriundas do processo do biodiesel.

Agradecimentos

CAPES, FAPERGS, CNPQ, L'Oréal, ABC & UNESCO

¹Arruda, P.V.; Rodrigues, R.C.L.B.; Felipe, M.G.A. *Rev. Anal.* **2007**, *26*, 56.

²Beatriz, A.; Araujo, Y.J.K.; De Lima, D.P. *Química Nova* **2011**, *34*, 306.

³Bernhoft, R. A. J. *Environ. Public Health*, **2012**, *2012*, 1.