

## Determinação direta de Antimônio em amostras de águas brutas e tratadas pela técnica de Espectrometria Óptica por Plasma Indutivamente Acoplado

Jorge T. Freitas<sup>1</sup>; Iracimara N. Santos<sup>1</sup>; Sandra R. O. N. Luz<sup>1</sup>; Letícia A. Santana<sup>1</sup>; Ana P. T. N. Ferreira<sup>1,2</sup>

1. Empresa Baiana de Águas e Saneamento, Salvador - BA
2. Universidade Federal da Bahia

**Palavras-Chave:** Legislação, saúde, meio ambiente

### Introdução

O aumento da presença do Sb no ambiente causada pelas atividades humanas traz uma crescente preocupação. Embora este aumento também ocorra naturalmente, seja pela ação de erosão das rochas ou solos e por agentes atmosféricos, em áreas de mineralização geológica e erupção vulcânica, também ocorre por meio de atividades antropogênicas ligadas ao ramo industrial e mineiro. No ramo industrial, destaca-se o aumento significativo do uso de Sb na fabricação de vários tipos de plásticos, por exemplo, PVC e PET. O óxido de Sb é utilizado como catalisador na produção de PET, plástico utilizado na fabricação de recipientes para bebidas. Esta aplicação vem sendo amplamente investigada devida a possibilidade de migração deste metal para a bebida [6]. A incineração de resíduos plásticos, a queima de combustíveis fósseis e a fundição liberam o Sb em altas concentrações na forma de aerossóis, que podem ser transportados a longas distâncias. Um dos casos mais relevantes de contaminação da água ocorreu na China, onde foram encontradas concentrações na faixa de 1,33 a 21,8 mg L<sup>-1</sup> em águas residuais; 0,037 a 0,063 mg L<sup>-1</sup> em rios [5]. Em águas naturais o Sb encontra-se sob a forma de espécies solúveis como [Sb(OH)<sub>6</sub>]<sup>-</sup>, Sb(OH)<sub>3</sub> e [Sb(S)<sub>2</sub>]<sup>2-</sup>, exceto em pH baixo e intermediário, no qual forma-se a estibina (Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>), que é insolúvel [5,6]. Os efeitos toxicológicos do Sb dependem da forma química e do estado de oxidação em que se encontra em sistemas ambientais e biológicos, sendo que a forma trivalente é 10 vezes mais tóxica[8]. Como contaminante de água potável é passível de provocar efeitos na saúde, tais como, náuseas, vômitos e diarreia[8].

Diante dos riscos que o Antimônio representa à saúde humana e ao meio ambiente, o Ministério da Saúde e o Conselho Nacional de Meio Ambiente do Brasil estabeleceram Valores Máximos Permitidos (VMP) de concentração em águas tratadas, subterrâneas e superficiais respectivamente nas seguintes legislações: Portaria GM/MS Nº 888, Resolução CONAMA 357/2005 e Resolução CONAMA 396/2008. Com o objetivo de atender aos baixos limites analíticos exigidos na Legislação, é necessário o desenvolvimento de metodologias analíticas sensíveis e confiáveis para a determinação de Antimônio. As técnicas de geração Química de Vapor (VGA) acoplada a Espectrometria por Absorção Atômica por Chama (FAAS) ou Espectrometria Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES), Eletrotérmica (ETAAS) e Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS) são as indicadas para análise de amostras de águas. Porém, para atender aos VMP das legislações, a técnica de FAAS e ETAAS tem baixa velocidade analítica e custo operacional elevado e a técnica de ICP-MS tem um custo elevado de aquisição do equipamento. Já a técnica de ICP OES, necessita do acessório de VGA, que torna a técnica mais lenta.

Neste trabalho foi desenvolvido um método analítico validado para a determinação direta de Antimônio em amostras de águas brutas e tratadas pela técnica ICP OES, sem uso do acessório VGA, com o objetivo de aumentar a velocidade analítica e reduzir o custo de análise.

### Material e Métodos

Para digestão das amostras de águas brutas e tratadas com turbidez > 1 NTU, com cor ou odor, foi empregado um Forno de Microondas CEM MARS 6: tubo de digestão Xpress de 55 mL: (22,5 mL de amostra + 2,5 mL de HNO<sub>3</sub> conc. MERCK ) Condições do Forno: Potência: 1030 – 1800 / Ramp time: 20 – 25 min / Hold time: 10 min / Temperatura: 170 °C.

Para quantificação foi empregado o ICP OES AGILENT 5800 VDV, nas seguintes condições: Potência: 1,20 KW – Velocidade da bomba peristáltica: 12 rpm – Vazão do gás Ar: 12 Lmin<sup>-1</sup> – Gás Auxiliar: 1 Lmin<sup>-1</sup> – Diâmetro do tubo injetor da tocha: 1,8 mm – Tipo de interface: Cone frio – Fluxo do nebulizador: 0,60 Lmin<sup>-1</sup> - Vista: axial - Tempo de Leitura: 3 s – Linha: Sb 217.582 nm.

A curva de calibração foi traçada com soluções padrões preparados com água tipo I (Ultrapurificador GEHAKA, modelo Master P&D), material de referência de Sb 1000 mgL<sup>-1</sup>, marca SPECSOL, solução de HNO<sub>3</sub> MERCK a 0,5 % v/v, com 6 pontos, nas seguintes concentrações, em mgL<sup>-1</sup>: 0,000; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 e 0,030.

### Resultados e Discussão

Parâmetros e critérios de Validação foram avaliados com o software ConfLab, utilizando o documento DOQ CGRE 008 - ORIENTAÇÃO SOBRE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS ANALÍTICOS [7]:

Tabela 1: Dados da Validação do método

Parâmetro de desempenho	0,005 mgL <sup>-1</sup>	0,015 mgL <sup>-1</sup>	0,025 mgL <sup>-1</sup>	Critério
Precisão (Repetibilidade)	CV = 12,87 %	CV = 3,82 %	CV = 3,17 %	15% a 21% (AOAC)
Precisão (Intermediária)	CV = 11,54 %	CV = 4,64 %	CV = 3,45 %	22% a 32% (AOAC)
Ensaio de Recuperação de Amostra fortificada concentração = 0,010 mgL <sup>-1</sup>	110,33 % CV = 6,17 %	115,00 % CV = 3,98 %	101,00 % CV = 2,97 %	85 % – 115 %
Exatidão	Sb=0,05742mgL <sup>-1</sup>	Desv. Padrão	Erro Norm.	Erro Norm. ≤ 1
MRC NIST 1643f	97,29%	±2,71%	0,0008	80-110 % AOAC
	Calculado		Experimental	
Limite de Detecção	0,001 mgL <sup>-1</sup>		0,0015 mgL <sup>-1</sup> (LQ/3,3)	
Limite de Quantificação	0,002 mgL <sup>-1</sup>		0,005 mgL <sup>-1</sup> (1º ponto da curva)	
Teste Cochran	Calculado=0,48 / Tabelado=0,56		Homocedastico	

## Conclusões

O método para determinação direta de Sb pela técnica de ICP OES, foi validado com LQ = 0,05 mg L<sup>-1</sup> e atende aos VMP nas legislações brasileiras: 0,006 mgL<sup>-1</sup>, Portaria MS 888/2017, para água tratada, 0,006 mgL<sup>-1</sup>, CONAMA 396/2008 e CONAMA 357/2005, respectivamente para águas subterrâneas e superficiais. É uma alternativa mais rápida e econômica para determinação de Sb, aos métodos normatizados pelo Standard Methods for Examination of Water and Wastewater [4]. O método elimina o uso de reagentes tóxicos, utilizados na técnica de VGA, como o Cloreto de estanho II e Borihidreto de Sódio e geração de hidreto, eliminando exposição do técnico.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a EMBASA, Empresa Baiana de Água e Saneamento pelo apoio e incentivo para a inovação tecnológica.

## Referências

- [1] BRASIL. Portaria nº 888 de 04 de maio de 2021 do Ministério da Saúde. Diário Oficial da União, Publicado em: 07/05/2021 | Edição: 85 | Seção: 1 | Página: 127
- [2] BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente-(CONAMA). Resolução nº. 357 17 de março de 2005. Diário Oficial da União, Brasília, nº ,p. 58-63, 18 mar. 2005.
- [3] BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente-(CONAMA) Resolução nº. 396, de 3 de abril de 2008. Diário Oficial da União, Brasília, nº 66 ,p. 64-68, 07 abr.. 2008.
- [4] Rice, E. W.; Baird, R. B. Eston, A. D.; Clesceri, L. S. Standard Methods for Examination of Water and Wastewater. 23<sup>a</sup> Edição. USA: American Public Health Association, 2017.
- [5] Sousa, André Costa, Remoção de Arsênio e Antimônio em soluções aquosas por biossorção, Dissertação de Mestrado, Universidade do Porto, 2014.
- [6] Razzoto, Eliana Siqueira, ESTUDO DA MIGRAÇÃO DE ANTIMÔNIO EM ÁGUAS MINERAIS ENVASADAS EMPREGANDO MÉTODOS VOLTAMÉTRICOS, Dissertação de mestrado, Universidade do Paraná, 2009.
- [7] INMETRO- Orientações sobre validação de métodos analíticos- DQO-CGCRE-008, revisão 09 - Junho/2020, consultado em 08 de agosto de 2024  
[http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/organismos/doc\\_organismos.asp?torganismo=calibensaios](http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/organismos/doc_organismos.asp?torganismo=calibensaios)
- [8] Vieira, Flavia de Almeida Estudos sobre o comportamento do antimoniato de meglumina no corpo humano e em macacos Rhesus ; Tese de Doutorado, PUC-Rio, 2008