

Daniel de Moraes Profirio\* (PIBIC/CNPq), Ivo Milton Raimundo Jr.

Instituto de Química  
Departamento de Química Analítica  
Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP  
\*dmprofirio@gmail.com

Palavras-Chave

LIBS  
Espectroscopia  
Fases sensoras  
Íons metálicos

## Introdução

A determinação quantitativa de espécies metálicas em soluções aquosas tem sido bem explorada ao longo dos anos, especialmente para os metais pesados, devido à toxicidade que afeta diretamente o meio ambiente e a saúde humana [1]. A quantificação de metais é geralmente realizada utilizando-se técnicas espectrométricas (AAS, ICP OES, ICP-MS, dentre outras) [2]. Dentre elas, pode ser destacada a Espectroscopia de Emissão em Plasma Induzido por Laser (LIBS), que tem sido pouco explorada, principalmente na determinação de íons metálicos em águas.

## Objetivos

Avaliar o uso de membranas sensoras (responsáveis pela extração e pré-concentração do íon metálico de interesse) para a determinação de íons metálicos em águas pela técnica LIBS.

## Metodologia

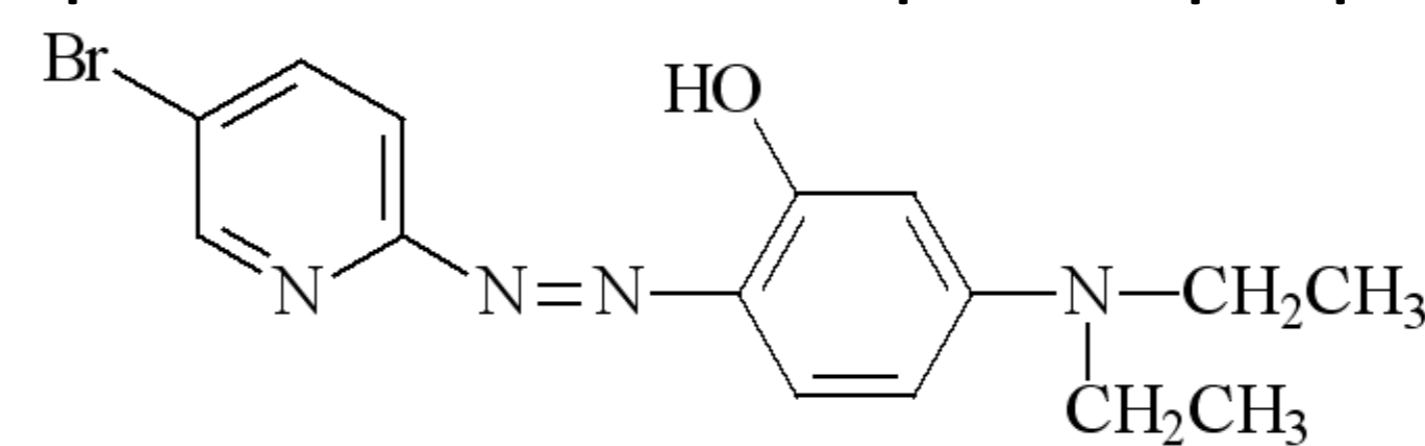
➤ Fases sensoras preparadas a partir de uma solução contendo PVC (40 mg), plastificante tributilfosfato (80 µL) e o reagente complexante (0,25% m/v) preparado em THF

➤ Membranas preparadas em um suporte de poliéster (transparência para retroprojeter), por meio da técnica *dip-coating*, empregando-se um equipamento para tal finalidade (Construmaq, São Carlos, SP)

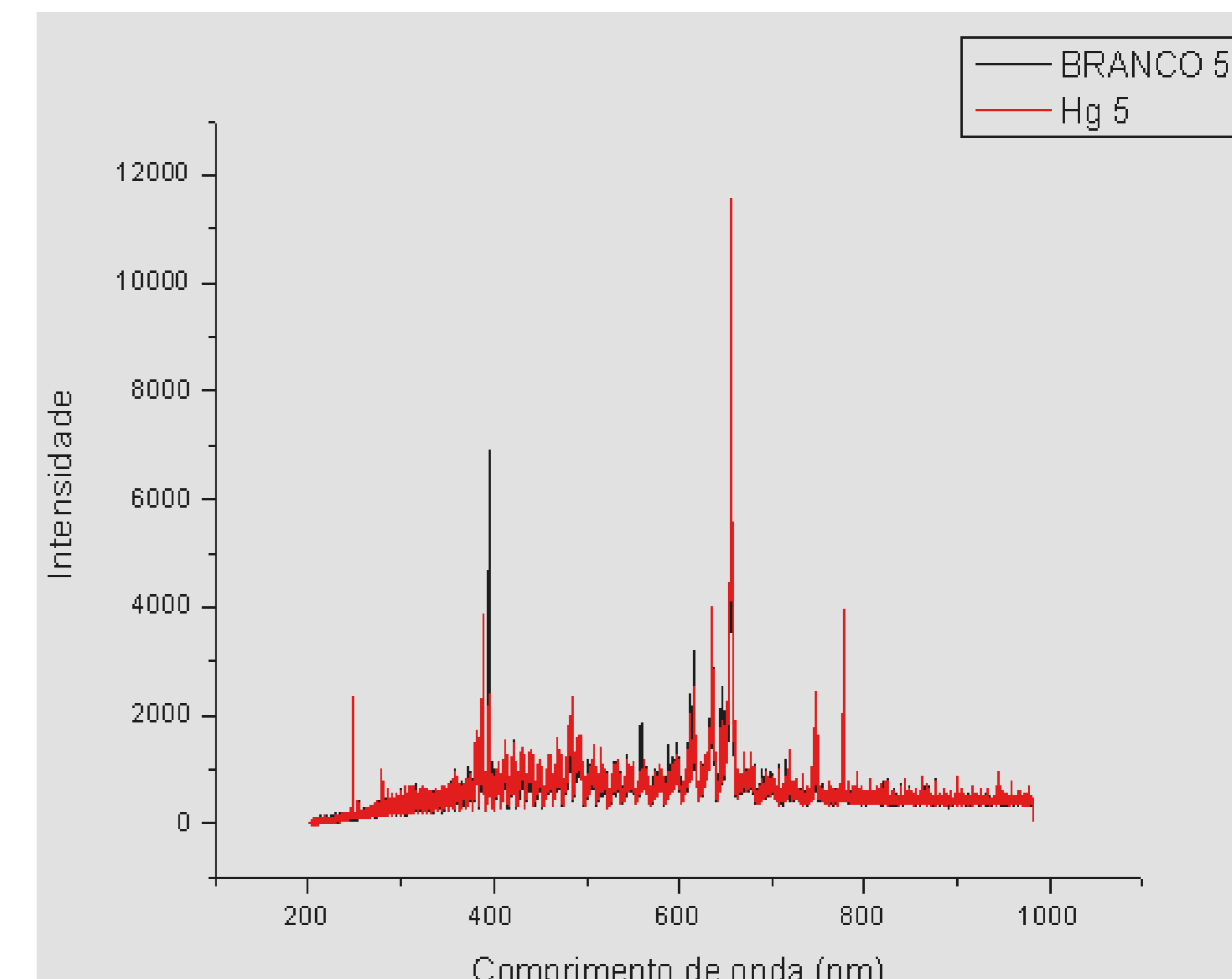
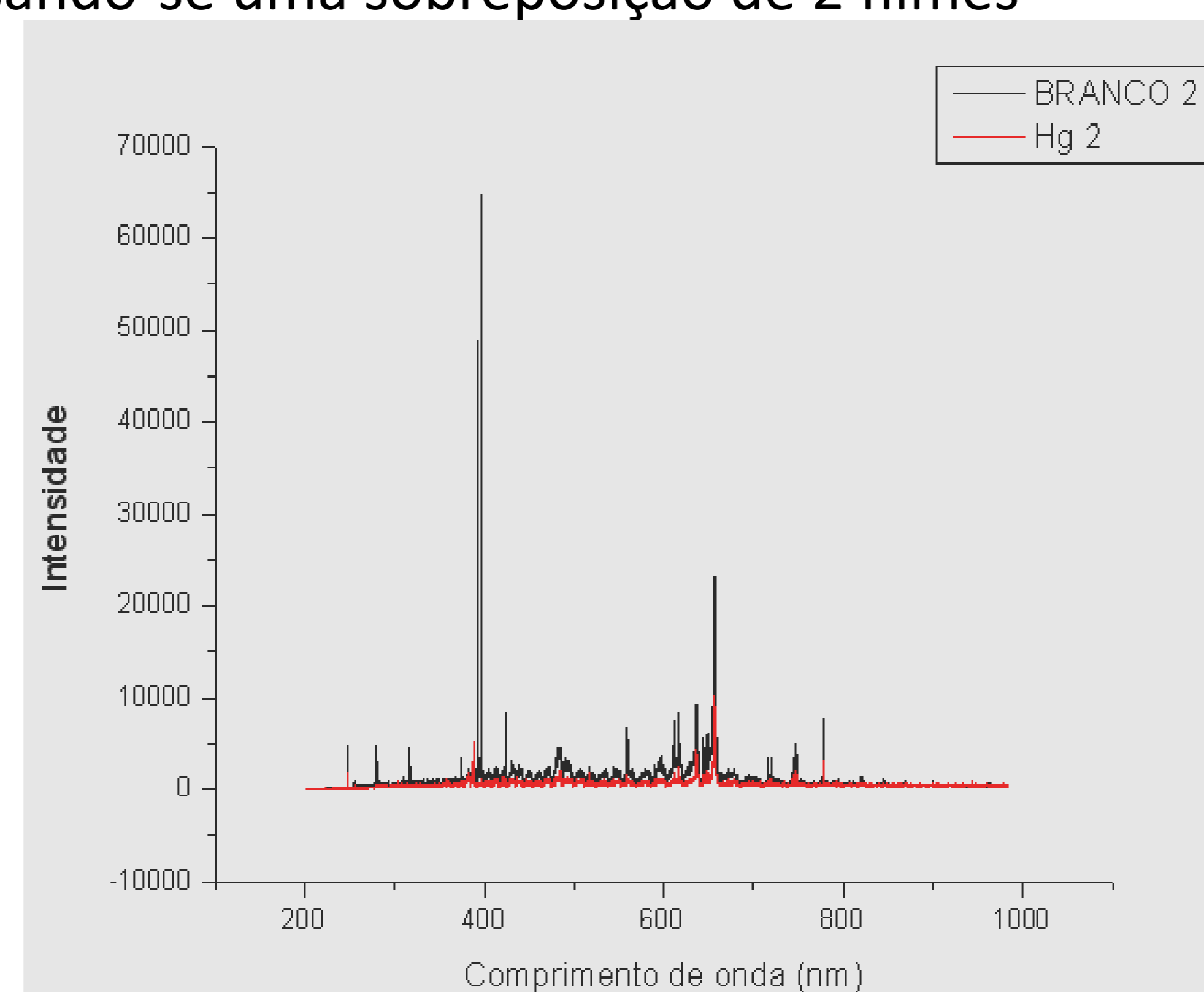
➤ Medidas de emissão realizadas empregando-se um instrumento LIBS construído no laboratório, formado por um laser Nd:YAG (Quantel, 1064 nm, 360 mJ/pulso, duração do pulso de 5 ns), um policromador do tipo echelle (Mechelle 5000, Andor Technology) e um detector do tipo ICCD (Intensified Charge Coupled Device)

## Resultados e Discussão

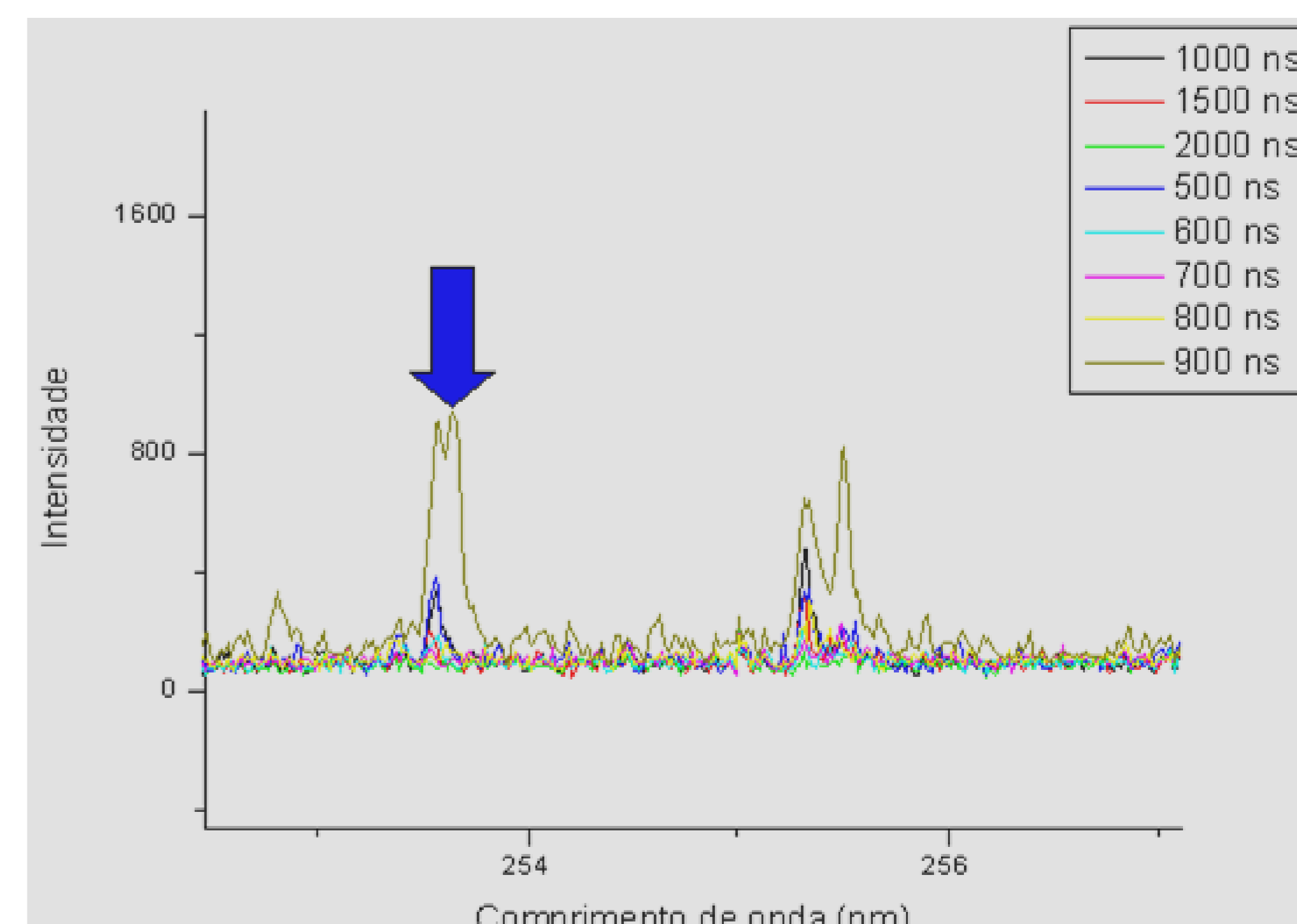
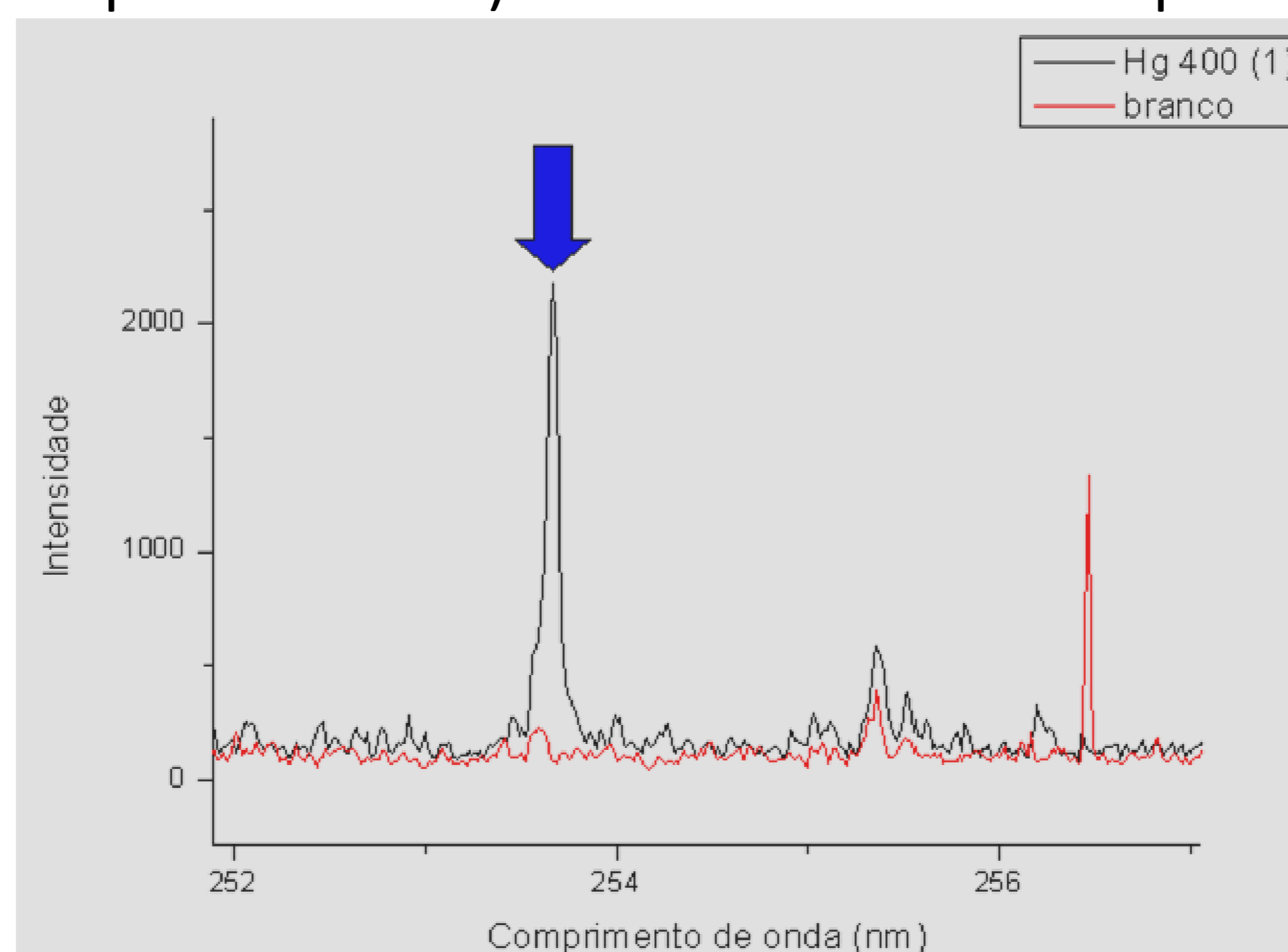
➤ Br-PADAP foi o reagente complexante escolhido para a preparação da fase sensora [3]



➤ As membranas que forneceram melhor desempenho (ruído menos intenso) foram as preparadas usando-se uma sobreposição de 2 filmes



➤ Íon escolhido para os testes foi o  $Hg^{2+}$ : presença da raia de emissão em 253,65 nm. Time delay (“tempo de atraso”) escolhido foi 900 ns: apresentou maior intensidade



➤ Não foi possível realizar mais testes para a otimização das condições instrumentais, assim como o desenvolvimento do método analítico e a posterior aplicação para a determinação de  $Hg(II)$  em amostras de água pois o equipamento LIBS construído no laboratório apresentou problemas de funcionamento em relação ao detector

## Conclusões

Neste projeto foi demonstrada a viabilidade da técnica LIBS na determinação de íons metálicos (sendo o  $Hg^{2+}$  o íon escolhido) em águas com o uso de fases sensoras, já que a técnica apresenta algumas dificuldades na análise de amostras líquidas. Os resultados obtidos indicam que esta técnica, no futuro, poderá ser aplicada na identificação de íons metálicos em águas como uma metodologia alternativa.

## Referências

1. Ferreira, S.L.C. et al; *Talanta* **2006**, 69, 16
2. Ferreira, S.L.C. et al; *Spectroc. Acta Part B* **2007**, 62, 4
3. Ghoneim, E. M.; *Talanta* **2010**, 82, 646-652

## Agradecimentos