

AVALIAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE FERRO E MAGNÉSIO EM AMOSTRAS DE SEDIMENTOS PROVENIENTES DO CANAL SÃO GONÇALO

JANAÍNA GARCIA TIMM¹; ANE MARTIELE TABORDA PARODES PINTO²;
CAMILA MIZETTE OLIZ²; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO²; MARIANA
ANTUNES VIEIRA³.

^{1,2,3}*Universidade Federal de Pelotas, Programa de Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química (LabMeQui)*

¹*janaina_gt@yahoo.com.br*

³*maryanavieira@hotmail.com*

1. INTRODUÇÃO

Margeando a cidade de Pelotas, no estado do Rio Grande do Sul, o Canal São Gonçalo é o principal elo entre a Lagoa Mirim e a Lagoa dos Patos (CALLIARI et al. 2009). O local em estudo sofre grande influência de ações antrópicas, como os despejos de efluentes de indústrias e residências e o acúmulo de resíduos sólidos. Desta forma, constata-se a possível entrada de contaminantes, como os metais tóxicos.

A poluição dos sedimentos, por exemplo, está intimamente ligada com a poluição das águas e tem origem em diversas fontes, como efluentes domésticos, efluentes industriais, carga difusa urbana e agrícola (CETESB, 1999).

Desta forma, as análises de sedimentos vêm ganhando atenção, já que eles possuem grande capacidade de incorporar e acumular elementos contaminantes. Assim, servem como um importante instrumento de avaliação da qualidade dos ecossistemas aquáticos, pois a concentração de poluentes neste tipo de material aponta uma possível contaminação ocorrida e acumulada, no sistema, ao longo de um período de tempo (PEREIRA et al, 1998 e ANA, 2011).

A acumulação de metais tóxicos em solos e sedimentos provoca um risco potencial para a saúde humana devido à transferência destes elementos no meio aquático, à sua absorção pelas plantas e sua posterior inserção na cadeia alimentar (CASTILLO et al., 2011).

Metais como o ferro e o magnésio, são encontrados em um nível de base natural nos sedimentos, provenientes da dissolução de rochas e minerais, porém, são fontes de poluição quando suas concentrações excedem aquelas naturais, proveniente das atividades antropogênicas (POLETO, 2008).

Desta forma, o presente trabalho tem por objetivo apresentar os resultados preliminares referentes as concentrações de Fe e Mg encontradas em amostras de sedimentos do Canal São Gonçalo, em diferentes períodos do ano de 2013.

2. METODOLOGIA

AMOSTRAGEM

As amostras de sedimento foram previamente coletadas em diferentes estações, sendo no verão, outono, inverno e primavera do ano de 2013 e no verão de 2014. A amostragem foi realizada com o auxílio de uma draga de aço inoxidável do tipo "Van Veen".

Após a coleta, os sedimentos foram armazenados em potes de polietileno previamente descontaminados, e colocados sob-refrigeração à 4°C.

As amostras, para serem submetidas ao tratamento químico, foram secas em estufa a 60°C pelo período de 48 horas, até peso constante. Após, realizou-se a maceração com pistilo e grau, seguido de peneiramento, sendo que a fração <50 µm foi utilizada para as análises.

PREPARO DAS AMOSTRAS

Foram analisadas cinco amostras de sedimentos, denominadas de 1 a 5, sendo estas do mesmo ponto de coleta, variando apenas a estação do ano.

Para a determinação de Fe e Mg nos sedimentos, as amostras foram preparadas na forma de suspensão, usando o banho ultrassônico para aumentar a eficiência de extração dos analitos da fase sólida para a aquosa.

Foram pesados aproximadamente 0,1 g de sedimento em um frasco de 50 mL, seguido da adição de 2 mL de HNO₃ e 1 mL de HF. Os frascos foram fechados e deixados no banho ultrassônico por 1 h a 25 °C. Após, adicionou-se 8 mL de H₃BO₃ para eliminar o HF e então, o volume de 15 mL foi completado com água deionizada. Este procedimento também foi aplicado para o material de referência certificado de sedimento, de modo a avaliar a exatidão da metodologia.

ANÁLISES

A determinação quantitativa dos metais foi realizada pela técnica de Espectrometria de Absorção Atômica em Chama (F AAS) usando um espectrômetro AAnalyst 200 (Perkin Elmer).

Os padrões da curva de calibração foram preparados a partir da diluição de soluções estoque de Fe e Mg de 10.000 mg L⁻¹ cada. A faixa de concentração das curvas foi de 1,0 a 6,0 mg L⁻¹ para Fe e de 0,1 a 0,5 mg L⁻¹ para Mg.

Para avaliar a exatidão do método, fez-se uso do material de referência certificado de sedimento CRM 2704 (sedimento de rio) da NIST- National Institute of Standards and Technology.

Todas as medidas foram realizadas em triplicata e acompanhadas por determinações em brancos analíticos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Avaliando-se os parâmetros de mérito obtidos para ambos analitos estudados (Tabela 1), pode-se observar boa linearidade das curvas de calibração ($R \geq 0,99$), bem como sensibilidade adequada para a quantificação dos mesmos. Os limites de detecção alcançados pela metodologia se apresentaram satisfatórios a determinação dos analitos em estudo nas amostras de sedimento.

Tabela 1: Parâmetros de Mérito para Fe e Mg.

Analito	a (L ⁻¹ mg)	LD (%)	R
Fe	0,722	0,49	0,999
Mg	0,040	0,09	0,996

a: coeficiente angular da curva; LD: limite de detecção; R: coeficiente da curva de calibração.

Pode-se também verificar a exatidão dos resultados alcançados, através da análise do material de referência certificado de sedimento. De acordo com os resultados apresentados na Tabela 2, foi possível verificar uma boa concordância

entre os resultados obtidos e os valores certificados para os analitos, o que comprova a exatidão dos resultados.

Tabela 2: Valores obtidos e valores certificados do CRM (média \pm desvio padrão para n=3).

Analito	VC (%)	VE (%)	RSD (%)
Fe	4,11 \pm 0,10	4,02 \pm 0,01	0,25
Mg	1,20 \pm 0,02	1,1 \pm 0,004	0,37

VC= Valor Certificado; VE= Valor Encontrado; RSD= Desvio Padrão Relativo.

Os resultados de concentração obtidos para Fe e Mg em amostras de sedimentos do Canal São Gonçalo, preparadas através da metodologia proposta, estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3: Resultados das concentrações obtidos (em %) para Fe e Mg em amostras de sedimento do Canal São Gonçalo (média \pm desvio padrão para n=3).

Analito	Estação do ano	Valor encontrado (%)	RSD (%)
Fe	1	1,55 \pm 0,01	0,9
	2	2,22 \pm 0,06	2,6
	3	2,54 \pm 0,06	2,2
	4	1,43 \pm 0,03	1,9
	5	2,03 \pm 0,05	2,5
Mg	1	0,75 \pm 0,007	0,9
	2	0,74 \pm 0,02	2,9
	3	0,92 \pm 0,02	2,3
	4	0,33 \pm 0,006	1,7
	5	0,51 \pm 0,003	0,5

1= Verão de 2013; 2= Outono de 2013; 3= Inverno de 2013; 4= Primavera de 2013 e 5= Verão de 2014

De acordo com os resultados obtidos, pode-se observar uma boa precisão da metodologia, através dos valores baixos de desvio padrão relativo (RSD) para as cinco amostras analisadas. Pode-se também notar uma variabilidade dos resultados encontrados para ambos elementos, mostrando uma possível influencia da estação do ano sobre as concentrações de Fe e Mg nas amostras.

4. CONCLUSÕES

Diante dos dados encontrados pode-se concluir que a análise da amostra na forma de suspensão é simples e rápida, e o método pode ser aplicado para a determinação de Fe e Mg em sedimentos.

Dando continuidade ao trabalho, diferentes locais serão analisados, bem como outros elementos serão determinados como aqueles encontrados em níveis de traço, considerados possivelmente tóxicos.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CALLIARI, L.J.; WINTERWERP, J.C.; FERNANDES, E.; CUCHIARA, D.; VINZON, S.B.; SPERLE, M.; HOLLAND, K.T. Fine grain sediment transport and deposition in the Patos Lagoon–Cassino beach sedimentary system. **Cont. Shelf Res.** 29 p. 515–529, 2009.

CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental; **Qualidade das águas interiores do Estado de São Paulo**, São Paulo, 1999.

PEREIRA, M. E.; DUARTE, A. C.; MILLWARD, G. E.; ABREU, S. N.; VALE, C.; **Water. Sci. Techol**, 37, 125, 1998.

ANA - Agência Nacional de Águas. **Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e efluentes líquidos**. Brasília-DF, 2011.

CASTILLO, A.M.L.; ALONSO, A.E.; CORDERO, S.M.T.; PAVÓN, C.J.M.; TORRES, G.A. Fractionation of heavy metals in sediment by using microwave assisted sequential extraction procedure and determination by inductively coupled plasma mass spectrometry. **Microchem. J.**, 98, 234–239, 2009.

POLETO, C. **Ambiente e sedimentos**. Porto Alegre: Associação Brasileira de Recursos Hídricos, 404 p., 2008.