

119

COMPARAÇÃO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA DETERMINAÇÃO DE MERCÚRIO EM SEDIMENTOS FLUVIAIS. *Suzi M. V. Koch* (FEPAM, Fac. Química/ULBRA)⁽¹⁾. Orientação: *M. Lucia K. Rodrigues* (FEPAM), *Jandira Fachel* (Dep. Estatística/ Fac. Matemática/UFRGS)

Este estudo visou comparar duas técnicas de digestão, preconizadas pela agência de proteção ambiental americana, para análise de mercúrio em sedimentos fluviais. Para corrigir o efeito da granulometria, separou-se a fração <63 µm dos sedimentos, por peneiração com água do local de coleta, secagem em estufa (<40°C) e desagregação em gral de ágata. A primeira metodologia (EPA7471A) envolveu solubilização da amostra em sistema aberto e meio fortemente oxidante, com água-régia e solução de KMnO_4 a 5%, em banho-maria a 95°C. Eliminou-se o excesso de KMnO_4 com solução de $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ a 12%. Na segunda metodologia testada (EPA3051), utilizou-se aquecimento por microondas, em sistema fechado, com adição de 10 mL de HNO_3 concentrado. Nos dois casos, determinou-se o mercúrio em espectrômetro de absorção atômica com geração de vapor a frio (sistema FIAS), após redução ao estado fundamental com boro-hidreto de sódio. Para avaliação de exatidão, analisou-se o material de referência certificado CANMET STSD-4, com recuperação superior a 93% para as duas técnicas. Quanto à precisão dos resultados, obtiveram-se coeficientes de variação satisfatórios (<6%). Resultados preliminares, avaliados por regressão linear, indicaram boa similaridade entre as duas séries de dados, tanto para amostras reais quanto para padrões. No tratamento estatístico desses dados, devido ao pequeno tamanho da amostra (4 pares de resultados), empregou-se ainda o teste não paramétrico de Wilcoxon, com opção para teste exato. Obteve-se uma probabilidade $p=0,125$ (teste bilateral), superior ao nível de significância arbitrado em 0,05. Concluiu-se, até o momento, pela aceitação da hipótese nula de igualdade entre as médias dos dois métodos analíticos. ⁽¹⁾ Bolsista CNPq