

SENSIBILIDADE ANALÍTICA DA TÉCNICA CVAAS NA QUANTIFICAÇÃO DE MERCÚRIO TOTAL (HgT) EM PERFIL SEDIMENTAR DA FORMAÇÃO BARREIRAS

Nathália Virgínia Ferreira Pereira¹; Matheus Andrade Rocha Costa²; Vinícius Humberto da Silva Bezerra³; Lindomar Maria de Souza⁴; Neura Mendes da Silva⁵; Luciana Maria Herculano da Silva⁶; Amanda Katielly Jordão Pessoa Felix da Silva⁷; Karolyne Santos da Silva⁸; Ayrton Felipe da Silva Serafim de Souza⁹; Raphael Henrique de Moura Pereira¹⁰; Elvis Joacir De França¹¹.

¹Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/0471659744788008>

²Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/0269073658419341>

³Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/4971936235798382>

⁴Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/0460274690902335>

⁵Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/5572921381396407>

⁶Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/8198199345503144>

⁷Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/0600207134536458>

⁸Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/3100689264595769>

⁹Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/3697597043377196>

¹⁰Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/5600183954524705>

¹¹Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste (CRCN-NE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/1716496767364751>

PALAVRAS-CHAVE: Técnicas Analíticas. CVAAS. Metal-traço.

DOI: 10.47094/ICOLUBRAPECI.2026/RE-38

INTRODUÇÃO

O perfil de sedimentos da costa do Brasil, especialmente os da Formação Barreiras, que se estende por todo o litoral do país, é predominantemente arenoso e argiloso e atua como um importante reservatório geoquímico de metais contaminantes, onde se pode destacar mercúrio (Hg). Naturalmente, os teores de mercúrio total (HgT) nessa matriz variam entre 0,01 e 0,15 mg/kg, como destacado por Silva (2016). No entanto, atividades antrópicas como ocupação urbana e efluentes industriais podem elevar essas concentrações, principalmente em grandes centros urbanos (Streets *et al.*, 2017; Silva, 2016; Sohn; Macedo; Santos, 2025).

Em maior grau, Hg é transportado para essas formações costeiras por via atmosférica, através da emissão natural do mercúrio elementar gasoso (Hg⁰) realizada por vulcões (GEYMAN *et al.*, 2023), ou emitido de fontes antropogênicas (garimpo, combustíveis fósseis), onde é oxidado a espécies reativas (Hg²⁺) e depositado por via seca ou úmida (Schroeder; Munthe, 1998; Driscoll *et al.*, 2013; Silva, 2016). Essa forma catiônica interage fortemente com compostos orgânicos e argilominerais, ficando retido inicialmente na superfície. Já o aprofundamento do metal no perfil do sedimento decorre de processos de lixiviação e erosão do solo.

Para quantificar HgT em matrizes sedimentares existem diversas técnicas, com destaque para a Espectrometria de Absorção Atômica com Geração de Vapor Frio (CVAAS). A CVAAS apresenta limites de detecção entre 0,01 e 1 ng/g, suficientes para a maioria dos estudos ambientais, com custo operacional relativamente baixo e com pouca interferência de matriz, pois o Hg é seletivamente reduzido a Hg⁰ e separado da amostra por um gás inerte. Por essas razões, a CVAAS é recomendada por agências regulatórias, a exemplo da USEPA Método 7471B, e constitui a técnica de escolha para monitoramento de rotina e estudos de perfis de sedimento (Micaroni, Bueno; Jardim, 2000; Martinis *et al.*, 2009; Maranhão *et al.*, 2013; Agilent Technologies, 2010; USEPA, 2007).

A técnica clássica de Akagi e Nishimura (1991) consolidou os fundamentos da CVAAS para determinação de HgT em amostras ambientais. Essa abordagem, que separa completamente o analito da matriz antes da atomização a frio, alcança limites de detecção em concentrações extremamente baixas e elevada reprodutibilidade.

No Brasil, a avaliação legal dos teores de mercúrio no solo é regida pela Resolução CONAMA nº 420/2009, que estabelece valores orientadores, sendo o Valor de Prevenção (VP) de 0,05 mg/kg. Não há limites federais específicos para sedimentos aquáticos, o que representa uma lacuna regulatória. O monitoramento nacional é realizado de forma fragmentada, principalmente por projetos de pesquisa acadêmica, sendo a CVAAS a técnica mais empregada (Brasil, 2009; Basta; Hacon, 2020; Brasil, 2023; Sohn; Macedo; Santos, 2025).

OBJETIVO

Demonstrar a aplicabilidade e a elevada sensibilidade da técnica CVAAS na determinação de concentrações a nível de traço de mercúrio total (HgT), utilizando como estudo de caso os resultados analíticos obtidos para um perfil sedimentar situado na Região Sudeste do Brasil.

METODOLOGIA

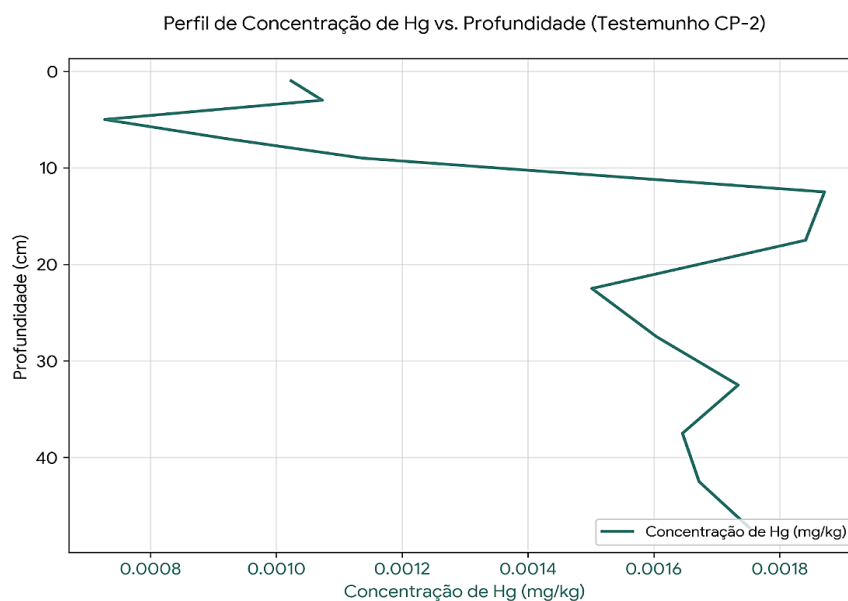
O estudo, de natureza aplicada e abordagem quantitativa, focado na aplicação da metodologia Akagi e Nishimura (1991) adaptada, num perfil sedimentar com profundidade de 0 a 50 cm, avaliado nos laboratórios da Central Analítica do CRCN-NE.

Para a digestão ácida de 0,5g de amostra, utilizou-se uma mistura de ácidos, nítrico (HNO_3 , 65% v/v), sulfúrico (H_2SO_4 , 98% v/v), perclórico (HClO_4 , 70% v/v) e água ultrapura, sob refluxo. Já para a determinação de HgT via CVAAS, as matrizes digeridas foram condicionadas em meio adequado utilizando cloridrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 30% v/v) e ácido clorídrico (HCl , 12 M), assim como seus brancos analíticos. A leitura foi conduzida em um espectrômetro de absorção atômica (Varian SpectrAA 220). O Hg^{2+} presente na amostra foi quimicamente reduzido por uma solução de cloreto de estanho ($\text{SnCl}_2\cdot\text{HCl}$, 25% v/v) a Hg^0 , no comprimento de onda de 253,7 nm. A validação dos dados considerou o cálculo da Concentração Mínima Determinável (CMD) baseada no desvio padrão dos brancos analíticos e na inclinação da curva de calibração para atestar a confiabilidade instrumental das leituras.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos para a matriz evidenciam concentrações extremamente baixas de mercúrio total (HgT), consolidando a necessidade de utilização de uma técnica altamente sensível como a CVAAS. Ao longo de todo o perfil (0 a 50 cm), os teores de HgT variaram entre o mínimo de 0,00073 mg/kg (na camada de 4-6 cm) e o máximo de 0,00187 mg/kg (na camada de 10-15 cm), apresentando uma concentração média global de 0,0014 mg/kg, com a variação da concentração de cada ponto podendo ser observada na Figura 1.

Figura 1: Gráfico de Perfil de profundidade do sedimento analisado.



Fonte: Os autores (2026).

A Concentração Mínima Determinável (CMD) calculada foi de 0,00041 mg/kg. Em todas as frações analisadas, os teores de HgT situaram-se acima do CMD, o que comprova que as leituras são estatisticamente significativas e que o método CVAAS possui a seletividade e sensibilidade necessárias para quantificar o metal mesmo em níveis tão baixos.

A literatura indica que os limites de detecção da CVAAS situam-se na faixa de 0,01 a 1 ng/g (Micaroni; Bueno; Jardim, 2000), o que se alinha perfeitamente com a magnitude dos dados obtidos neste perfil. Quando comparados com os parâmetros legais nacionais e geológicos regionais, as concentrações médias do perfil (0,0014 mg/kg) encontram-se significativamente abaixo dos valores orientadores de prevenção estabelecidos pela Resolução CONAMA nº 420/2009 (0,5 mg/kg) e também são inferiores aos teores basais naturais descritos para a unidade geológica da Formação Barreiras (<0,2 mg/kg).

CONSIDERAÇÕES FINAIS

A avaliação do perfil de sedimento confirmou a sensibilidade da técnica de CVAAS para estudos de geoquímica ambiental. Mesmo diante das concentrações extremamente baixas, média de 0,0014 mg/kg, o resultado se mostrou quantificável ao operar acima da Concentração Mínima Determinável. Esses resultados demonstram a ausência de contaminação por fontes antropogênicas na área de coleta, indicando que o mercúrio presente é de origem natural e decorrente de processos erosivos da região. O estudo conclui que o perfil avaliado reflete condições basais e preservadas do ambiente costeiro

da formação barreiras.

AGRADECIMENTOS

CAPES, CNPq, FINEP, FACEPE e CRCN/CNEN.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGILENT TECHNOLOGIES. **An Automated Vapor Generation Accessory for Atomic Absorption Analysis**. [S. l.]: Agilent Technologies, 2010. 8 p.

AKAGI, H.; NISHIMURA, H. Speciation of mercury in the environment. In: SUZUKI, T. (coord.). **Advances in mercury toxicology**. Boston: Springer, 1991. p. 53-76. (Rochester Series on Environmental Toxicity).

BASTA, P. C.; HACON, S. de S. (coord.). **Impacto do mercúrio em áreas protegidas e povos da floresta na Amazônia Oriental**: uma abordagem integrada saúde-ambiente: aspectos metodológicos e resultados preliminares. Rio de Janeiro: ENSP, 2020.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Resolução nº 420, de 28 de dezembro de 2009**. Dispõe sobre critérios e valores orientadores de qualidade do solo e diretrizes para o gerenciamento ambiental de áreas contaminadas. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 2009.

DRISCOLL, C. T.; MASON, R. P.; *et al.* Mercury as a global pollutant: sources, pathways, and effects. **Environmental Science & Technology**, v. 47, n. 10, p. 4967-4983, 2013.

MARANHÃO, T. A.; SILVA, J. S. A.; *et al.* Determination of As and Hg in acetic acid extract by vapor generation coupled to atomic spectrometry for solid waste classification. **Microchemical Journal**, v. 106, p. 139-146, jan. 2013.

MARTINIS, E. M.; BERTÓN, P.; OLSINA, R. A.; ALTAMIRANO, J. C.; WUILLOUD, R. G. Trace mercury determination in drinking and natural water samples. **Journal of Hazardous Materials**, v. 167, n. 1-3, p. 475-481, ago. 2009.

MICARONI, R. C. C. M.; BUENO, M. I. M. S.; JARDIM, W. F. Compostos de Mercúrio, Revisão de Métodos de Determinação, Tratamento e Descarte. **Química Nova**, v. 23, n. 4, p. 487-495, 2000.

SILVA, R. F. **Geoquímica ambiental dos sedimentos estuarinos da Baía de Suape e da Ilha de Itapessoca, Pernambuco**. 2016. Tese (Doutorado) – CTG, UFPE, Recife, 2016.

STREETS, D. G.; HOROWITZ, H. M.; JACOB, D. J.; LU, Z.; LEVIN, L.; TER SCHURE, A. F. H.; SUNDERLAND, E. M. Total Mercury Released to the Environment by Human Activities. **Environmental Science & Technology**, v. 51, n. 11, p. 5969-5977, 2017.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Method 7471B**: mercury in solid or semisolid waste (manual cold-vapor technique). Washington, DC: EPA, 2007. Revisão 2.