

DETERMINAÇÃO DE Pb EM REFRIGERANTE POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM ATOMIZAÇÃO ELETROTÉRMICA E DLLME PARA O PREPARO DA AMOSTRA

Eduarda Q. Machado^{1*}, Tássia S. Seeger², Fábio A. Duarte³

1. Estudante de IC da Universidade Federal de Santa Maria - UFSM; *eduardaqm@gmail.com

2. Estudante de Doutorado do Depto de Química, UFSM, Santa Maria/RS

3. Pesquisador do Depto. de Química, UFSM, Santa Maria/RS

Palavras Chave: *Chumbo, DLLME, GF AAS.*

Introdução

O chumbo é um elemento conhecido por sua toxicidade e, dependendo da concentração ingerida, pode causar sérios riscos a saúde. Esse fator evidencia a necessidade de um maior controle da concentração de Pb, principalmente em alimentos, como o caso dos refrigerantes, que são ingeridos por pessoas de todas as idades. Técnicas espectrométricas têm sido utilizadas para a determinação de elementos em nível traço, porém a maioria destas técnicas requer um prévio preparo da amostra, visando a eliminação de interferências geradas pela matriz durante a etapa de medida. A microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) tem como objetivo a extração e pré-concentração do analito, utilizando uma mistura de solventes de diferentes polaridades. Dessa forma, o objetivo desse trabalho é o desenvolvimento de um método de preparo de amostra rápido, com baixo custo e consumo de reagentes, que possibilite a determinação de Pb em baixa concentração utilizando uma técnica de quantificação relativamente simples.

Resultados e Discussão

Foi possível otimizar o método de DLLME quanto aos principais fatores que influenciam na eficiência de extração, como tipo e volume dos solventes dispersor e extrator, pH, volume da amostra e concentração do complexante. Dentre os solventes, o solvente dispersor deve ser miscível tanto na fase orgânica quanto na fase aquosa (amostra), assim foram avaliados acetona, acetonitrila, metanol e etanol. Por outro lado, o solvente extrator precisa ser imiscível na fase aquosa, tendo maior afinidade pelo complexo formado entre um sal orgânico e o analito, deste modo foram avaliados clorofórmio, tetracloreto de carbono, 1,2-dicloroetano, clorobenzeno e 1,2-diclorobenzeno. O complexante utilizado foi o dietilditiocarbamato de sódio (DDTC), sendo que a concentração do mesmo foi avaliada no intervalo entre 0 e 2,5%. Anterior a etapa de injeção dos solventes, a amostra foi degaseificada por 30 minutos em ultrassom. A mistura dos solventes foi injetada rapidamente na solução da amostra, causando turvação da solução, devido à dispersão do solvente extrator. Após a injeção da mistura, ocorre a partição onde o analito é concentrado na fase orgânica. A amostra foi centrifugada por aproximadamente 2 minutos a 3000 rpm e submetida a uma etapa de lavagem da fase sedimentada, a fim de diminuir possíveis interferências causadas pela matriz da amostra. Após a otimização, as melhores condições obtidas para a DLLME foram utilizando 700 µL de acetonitrila como solvente dispersor, 60 µL de tetracloreto de carbono como solvente extrator, 500 µL de DDTC 1,5% como complexante e um volume de 10 mL de amostra, sendo que não houve a necessidade do ajuste do pH da amostra. As otimizações do método foram feitas utilizando a espectrometria de absorção atômica com chama

(F AAS), pela simplicidade, baixo custo, fácil operação e frequência analítica. Após as otimizações da extração, a determinação de Pb, foi feita por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS). Essa técnica possui boa sensibilidade para a quantificação de analitos em nível traço, possibilitando menores limites de detecção (LOD) do que a F AAS. As otimizações do programa de aquecimento da GF AAS foram as temperaturas de pirólise e atomização, sendo utilizado para a quantificação as temperaturas de 700 e 1800 °C para pirólise e atomização, respectivamente. Para avaliar a exatidão do método proposto, foi feita a determinação de Pb por espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) após decomposição das amostras utilizando decomposição assistida por radiação micro-ondas e radiação ultravioleta (MAD-UV). A concentração de Pb nas amostras decompostas foi inferior ao LOD obtido (166 ng L⁻¹). Por este motivo, a exatidão do método proposto também foi avaliada através de ensaio de recuperação com a adição de 120 ng L⁻¹ de Pb, as recuperações obtidas foram de 95 a 108%. A concentração de Pb nas amostras de refrigerante variou entre 7,4 e 115 ng L⁻¹, sendo que o LOD foi de 0,072 ng L⁻¹. Os resultados obtidos para a quantificação de Pb estão mostrados na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados da determinação de Pb (média ± SD, n = 5) em amostras de refrigerante por GF AAS após DLLME.

Amostra	Pb (ng L ⁻¹)	Recuperação (%)
Cola I	103 ± 3	108
Cola II	96,7 ± 6,2	97
Cola I zero	44,0 ± 3,1	104
Cola II zero	115 ± 2	95
Guaraná	77,5 ± 2,9	105
Limão	7,4 ± 0,5	103

Conclusões

O método de DLLME apresentou como principais vantagens simplicidade, baixo custo e alto fator de enriquecimento (200 vezes), possibilitando a obtenção de LOD três vezes menor que o obtido por MAD-UV e ICP-MS. A DLLME foi eficiente para extração e pré-concentração, e quando combinada com a técnica de GF AAS foi considerada adequada para a quantificação de Pb em refrigerante.

Agradecimentos

LAQIA, UFSM, CNPq, CAPES e FAPERGS.