Determinação de cromo em amostras orgânicas e inorgânicas empregando espectrometria de absorção atômica com forno de grafite e amostragem direta de sólidos

Julio C. P. Mattos (PG), Matheus A. G. Nunes (IC), Luis F. Rodrigues (PG), Érico M. M. Flores (PQ)*, Valderi L. Dressler (PQ) * flores@quimica.ufsm.br

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Departamento de Química, Santa Maria, RS

Palavras Chave: cromo, tecidos vegetais, tecidos animais, polímeros, cerâmicas, DSS-GF AAS

Introdução

Atualmente, a demanda pelo desenvolvimento de procedimentos analíticos adequados para a determinação de elementos em nível de traços em diversos tipos de materiais vem crescendo. A presença de Cr tanto em amostras biológicas como tecidos animais e vegetais pode trazer informações quanto à toxicidade ou mesmo a essencialidade deste elemento. Por outro lado, a determinação de Cr é necessária, não somente devido ao seu potencial tóxico, mas em relação à alteração das propriedades físico-químicas de alguns materiais como polímeros e cerâmicas, principalmente pela crescente demanda pelo uso de destes materiais. Além disso, polímeros como polietileno de alta densidade (PEAD), polietileno de baixa densidade (PEBD) e poli(tereftalato de etileno) (PET) e cerâmicas como nitreto de silício (Si_3N_4) são materiais de difícil decomposição tornando necessário o uso de diferentes procedimentos a fim de se obter uma digestão completa destas amostras. Desta forma, a análise direta de amostras sólidas apresenta algumas vantagens em relação às técnicas que necessitam de decomposição prévia. No presente trabalho é descrito um procedimento geral para determinação de Cr por amostragem direta de sólidos empregando espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (DSS-GF AAS) em amostras de tecido animal (NIST 1577a), vegetal (NIST 1573a), polímeros (PE-BCR 681, PEAD, PEBD e PET) e cerâmicas de alta pureza (Si_3N_4).

Resultados e Discussão

Inicialmente, foram estabelecidas curvas de pirólise e atomização empregando soluções de referência aquosa, PEAD e Si_3N_4 de maneira a estabelecer um programa de aquecimento satisfatório tanto para matrizes orgânicas como inorgânicas. Como condições gerais, as temperaturas de pirólise e atomização escolhidas foram 1100 e 2550 °C, respectivamente. Para o procedimento por DSS-GF AAS massas entre 0,1 e 4 mg foram pesadas em uma plataforma de grafite e introduzidas diretamente

no atomizador. A calibração foi feita empregando-se soluções de referência aquosas, sem adição de qualquer modificador químico. De maneira a verificar a exatidão do procedimento proposto, materiais de referência certificados foram utilizados para as amostras biológicas (NIST 1577a e NIST 1573a). Os resultados de Cr obtidos para as amostras de polímeros foram comparados tanto com valores certificados (BCR 681) como com os obtidos por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Os resultados obtidos para as amostras de cerâmica (Si_3N_4) foram comparados com os obtidos através de análise por ativação neutrônica (NAA). A concordância entre os resultados obtidos foi superior a 95%. A precisão das medidas foi melhor que 8% (DPR). Os limites de detecção foram de 1 a 2 ng g⁻¹ dependendo da quantidade de amostra introduzida no atomizador.

Conclusões

Desta forma, pode-se concluir que a DSS-GF AAS é uma técnica viável para a determinação de Cr em diferentes tipos de amostras. Considerando-se a dificuldade para decomposição de amostras como polímeros e cerâmicas e as baixas concentrações encontradas para este elemento, a etapa de diluição torna-se um fator limitante de técnicas analíticas que fazem uso de digestão prévia das amostras para a posterior determinação deste elemento. Foi possível o uso de calibração com soluções de referência aquosas, sem o uso de modificadores químicos o que torna bastante simples e prático o procedimento proposto. Além disso, a frequência analítica deste procedimento é superior quando comparado a técnicas como ICP OES e NAA para este elemento e os limites de detecção obtidos são inferiores aos destas técnicas.

Agradecimentos

A CAPES, CNPq, FAPERGS, ANVISA.