

Determinação de chumbo em alimentos por HR-CS AAS em forno de grafite com análise direta de sólidos

**Fabíola Vignola (IC)^{1*}, Daniel L.G. Borges (PG)¹, Adilson J. Curtius (PQ)¹,
Bernhard Welz (PQ)¹ e Uwe Heitmann (PQ)²**

* fabivignola@yahoo.com.br

1. Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Campus Trindade, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil

2. ISAS – Institute for Analytical Sciences, Department of Interface Spectroscopy, Albert Einstein Str. 9, 12489, Berlin, Alemanha

Palavras Chave: HR-CS AAS, Alimentos, Chumbo.

Introdução

A espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS) utiliza uma única fonte de radiação, um monocromador de alta resolução e um detector que é constituído por um arranjo linear de dispositivos de carga acoplada (CCD), representando um grande avanço para o desenvolvimento de métodos analíticos. As características da técnica, que incluem elevada capacidade de correção de fundo e visibilidade de toda a região espectral na vizinhança da linha analítica, são especialmente atrativas para o desenvolvimento de métodos com análise direta de sólidos (SS). O chumbo é um elemento tóxico cuja concentração máxima permitida nos alimentos, segundo a legislação brasileira, varia de 0,05 a 2,0 mg kg⁻¹. Por sua vez, as concentrações usualmente baixas de Pb em amostras de alimentos requerem o uso de técnicas instrumentais e de amostragem com elevado poder de detecção, requisito este plenamente atingido com uso de SS. Assim, este trabalho descreve a determinação de chumbo em amostras de alimentos com SS, utilizando Ru como modificador permanente e a linha de ressonância do Pb em 217,001 nm.

Resultados e Discussão

Todas as medidas foram realizadas em um protótipo de HR-CS AAS, construído no ISAS (Berlim, Alemanha), com base no modelo comercial Vario 6 AAS (Analytik Jena AG, Alemanha). Para análise das amostras sólidas, alíquotas de aproximadamente 1-2 mg foram inseridas em plataformas para SS. Rutênio (200 µg) foi termicamente depositado sobre a plataforma SS como modificador permanente. As temperaturas de pirólise e atomização foram otimizadas em 800 °C e 1900 °C, respectivamente, utilizando soluções aquosas e uma amostra certificada (farelo de milho). O uso de Ru como modificador permanente permitiu a estabilização

térmica significativa de Pb, particularmente nas soluções aquosas, uma vez que a matriz da amostra sólida mostrou ser capaz de estabilizar termicamente Pb. Para a determinação, soluções de calibração em HNO₃ 0,5% v/v foram utilizadas, e três materiais de referência certificados (farelo de milho, ovo em pó e leite em pó) foram analisados. Em amostras com elevado teor de fósforo, foi observado fundo estruturado proveniente de moléculas de PO que, entretanto, pôde ser separado temporalmente do sinal analítico. Constatou-se que na ausência de modificador químico os valores determinados eram inferiores aos valores certificados. Entretanto, com uso de Ru como modificador, boa concordância foi obtida a um nível estatístico de 95%, indicando a interação preferencial do analito com a superfície modificada. Um limite de detecção de 0,9 ng g⁻¹ foi obtido, indicando a boa sensibilidade do método proposto. O método foi aplicado a amostras de alimentos de consumo diário, como farinha de mandioca, farinha de milho, leite em pó e chocolate em pó, cuja concentração variou de 6 a 800 ng g⁻¹ de Pb. Os valores determinados nas amostras analisadas estão de acordo com os valores permitidos pela legislação brasileira.

Conclusões

O método proposto mostrou-se simples, rápido, confiável e com baixo limite de detecção para a determinação de Pb por SS-HR-CS AAS com forno de grafite em amostras de alimentos. O uso de Ru como modificador permanente permitiu a utilização de calibração com padrões aquosos, e demonstrou novamente a eficiência do uso de modificadores permanentes aliados à SS.

Agradecimentos

CNPq, PIBIC-UFSC, FAPESB, Analytik Jena

¹ Borges, D.L.G.; Curtius, A.J.; Welz, B.; Heitmann, U., *Analytica*, 18 (2005) 58-67

² BRASIL. Leis, etc, Decreto nº 55.871 de 26 de março de 1965

