

Desenvolvimento de Método Analítico Limpo para Análise de Chumbo por Espectroscopia de Reflectância Difusa

Vitor Hugo Marques Luiz^{*1} (PG), Leonardo Pezza¹ (PQ), Helena Redigolo Pezza¹ (PQ).

¹UNESP - Instituto de Química – Rua Francisco Degni, s/n, bairro Quitandinha, CEP 14800-900, Araraquara – SP

*e-mail: vitorhmluiz@hotmail.com

Palavras Chave: Espectroscopia, chumbo, cachaça, reflectância difusa.

Introdução

O chumbo é um metal pesado com uma vasta aplicação, que inclui sua utilização em construção civil, fabricação de munição para armas de fogo, revestimento de proteção em aparelhos de raio-X e até na fabricação de certos pigmentos. Porém, devido à alta toxicidade deste elemento e seus compostos, medidas de segurança e prevenção vêm sendo tomadas no mundo todo para evitar riscos maiores para a saúde e meio-ambiente. Dessa forma, um método rápido, simples, de baixo custo e que envolva baixo consumo de reagentes¹ por espectroscopia de reflectância difusa tem sido desenvolvido para a determinação quantitativa de chumbo em matrizes alimentares, visto os vários efeitos colaterais (alteração do sistema nervoso, danos ao cérebro, dentre outros) e forenses². O método é baseado na reação de chumbo com o reagente cromogênico rodizonato de sódio (ROD) em tampão ácido tartárico/tartarato de sódio e potássio a pH 2,8 e meio micelar de dodecilsulfato de sódio (SDS). A reação envolve a formação de um produto colorido ($A_r = 545 \text{ nm}$).

Resultados e Discussão

Utilizando planejamento fatorial³, determinou-se as concentrações ótimas de SDS e Rodizonato. As melhores respostas para reflectância foram obtidas com SDS $9,00 \text{ mmol.L}^{-1}$ e ROD 0,28%. Construiu-se então uma curva analítica de A_r versus $[\text{Pb}^{2+}]$ (ppm) representada por uma reta cuja equação é: $A_r = 0,00407 \times [\text{Pb}^{2+}] - 0,00511$, com $R = 0,998$.

O Limite de Detecção (LD) e o Limite de Quantificação (LQ) foram, respectivamente, $1,19 \text{ ppm}$ ($5,74 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$) e $3,97 \text{ ppm}$ ($1,91 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$). O método foi aplicado para a determinação de chumbo em cachaças de diferentes marcas, usando o método de adição de padrão/recuperação para a validação do método.

O método também será empregado para a análise de resíduo de disparo de arma de fogo (GSR's, do inglês Gunshot Residues).

Amostra de aguardente isenta de Pb^{2+} foi fortificada com padrão de chumbo $20,0 \text{ ppm}$ e analisada pelo método da adição de padrão (Tabela 1).

Tabela 1. Adição de Padrão e Recuperação para validação do método proposto.

Balão	$[\text{Pb}^{2+}]_{\text{Ad.}}^{\text{a}}$ (ppm)	$[\text{Pb}^{2+}]_{\text{enc.}}^{\text{b}}$ (ppm)	Rec. ^c (%)
1	---	19,2	---
2	15,0	33,2	97,1
3	30,0	50,1	101,8
4	45,0	66,1	102,9
5	60,0	81,4	102,8

^a: Concentração adicionada em amostra previamente fortificada;

^b: Concentração encontrada;

^c: Recuperação

Conclusões

O método proposto, validado através da adição de padrão e recuperação, mostrou resultados satisfatórios e confiáveis como mostrado na Tabela 1.

Pode-se concluir que o método proposto é rápido, simples, exato, sensível e seletivo, apresentando baixo consumo de reagentes e geração de resíduos. O método mostrou-se bastante eficaz, podendo ser utilizado para análise rotineira para a presença de chumbo.

Agradecimentos

Ao CNPq e CNPq/MAPA/SDA Edital 64/2008;
A Sandra Ferreira Lucas Soares pelo apoio técnico;
Aos colegas de trabalho do Lab. Fritz Feigl.

¹ SILVA, F. M.; LACERDA, P. S. B.; JONES Jr., J. **Desenvolvimento Sustentável e Química Verde**. Química Nova, 28(1), 103, 2005.

² **Química a serviço da investigação**. Química Hoje, n. 9, p. 14-16, ago-out 2007.

³ BARROS, B. N.; SCARMÍNIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Planejamento e otimização de experimentos**, 2. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 1995.