

Determinação de antimônio em embalagens PET por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite utilizando análise direta de amostras sólidas



Aluna: Débora Nunes Bazanella
Orientadora: Prof^a Dr^a Maria Goreti Rodrigues Vale
Instituto de Química
Universidade Federal do Rio Grande do Sul



INTRODUÇÃO

O antimônio é um elemento utilizado como catalisador na produção de tereftalato de polietileno (PET). Normalmente adicionado na forma de trióxido (Sb_2O_3) que é considerado pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos e pela União Europeia um composto potencialmente carcinogênico.

OBJETIVO

Determinação de antimônio em embalagens PET por análise direta de sólidos por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (SS-GF AAS).

EXPERIMENTAL

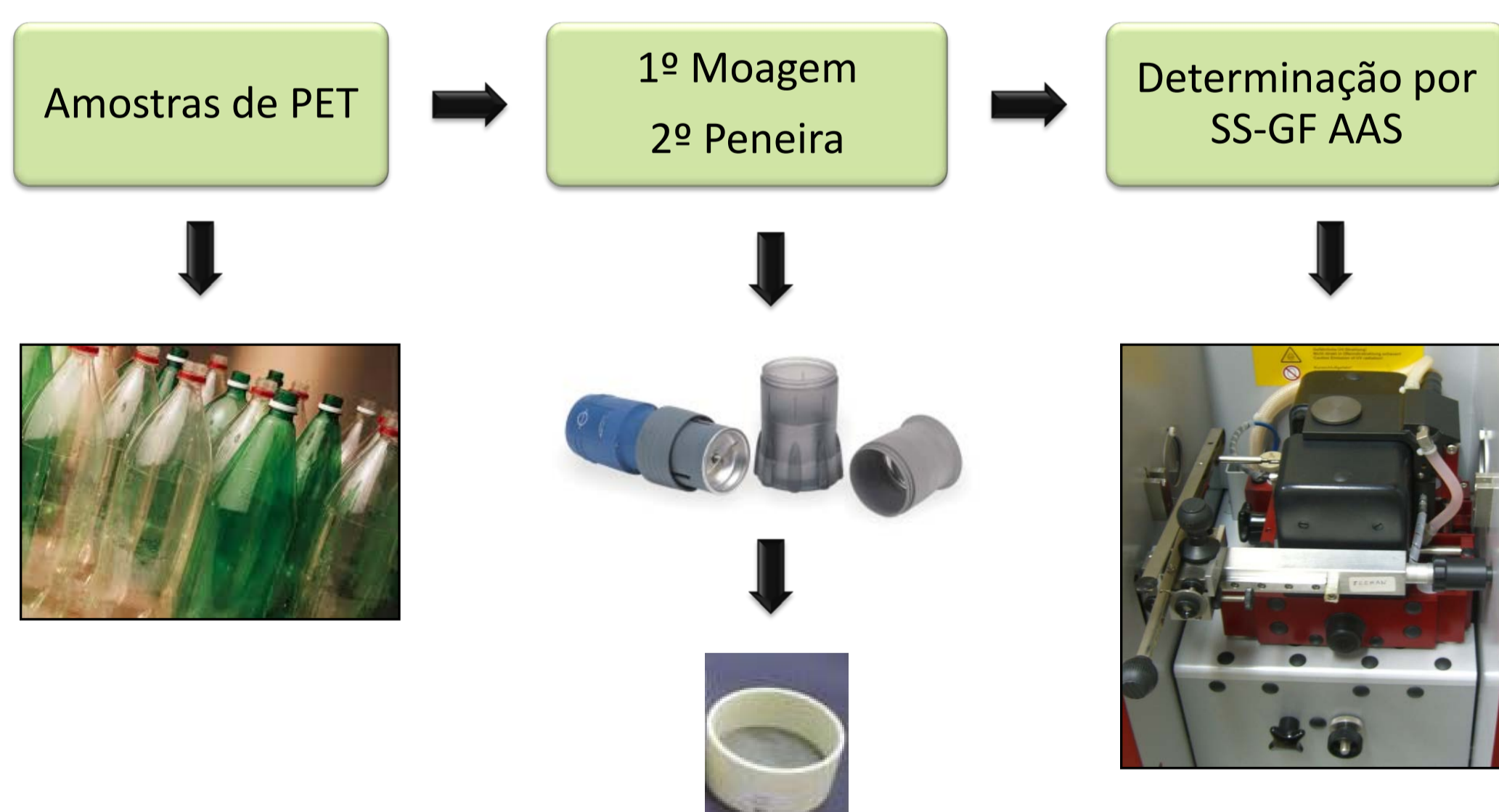
Instrumentação:

- Espectrômetro de absorção atômica AAS 6 Vario (Analytik Jena AG, Alemanha)
- Parâmetros: $\lambda = 212,7$ nm; Corrente HCL = 4,0 mA; Fenda = 0,8 nm
- Moinho micrométrico A11 basic (IKA, Alemanha)
- Balança analítica Europe (Sartorius, Göttingen, Alemanha)

Programa de aquecimento GF AAS

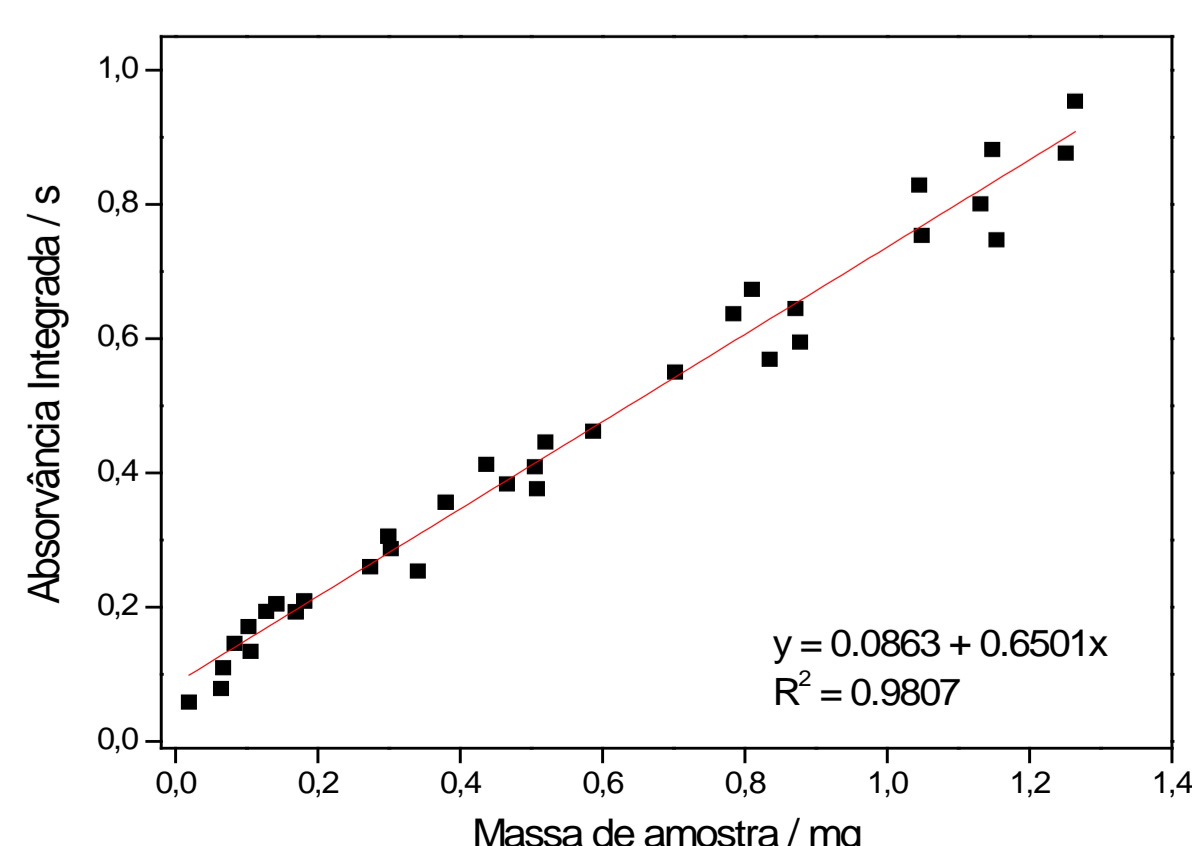
Etapas	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Patamar (s)
Secagem 1	110	10	20
Secagem 2	150	10	20
Pirólise	1400	250	30
Atomização	2500	3000	6
Limpeza	2600	500	4

Análise direta por GF AAS



RESULTADOS

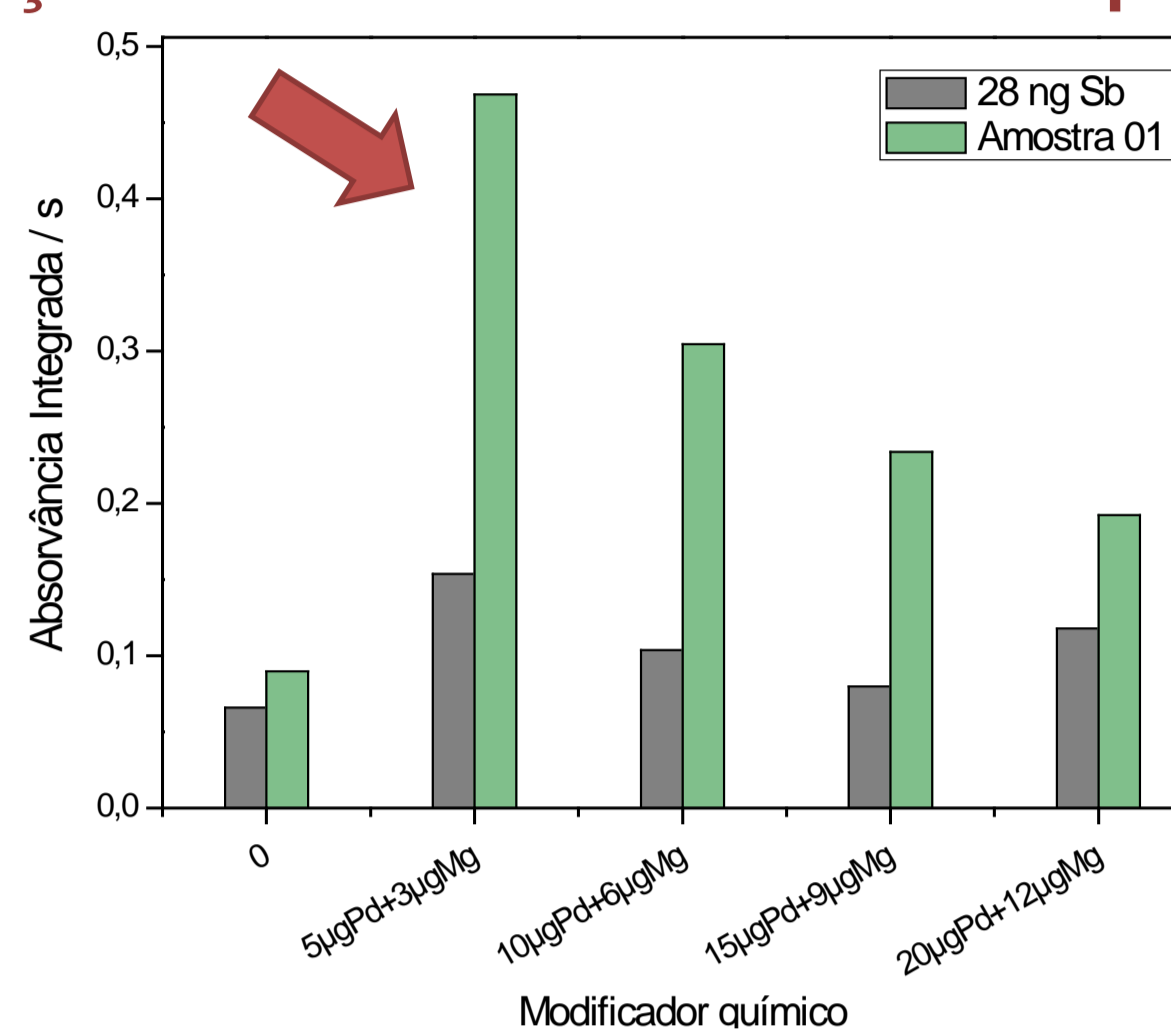
Estudo da influência da massa de amostra



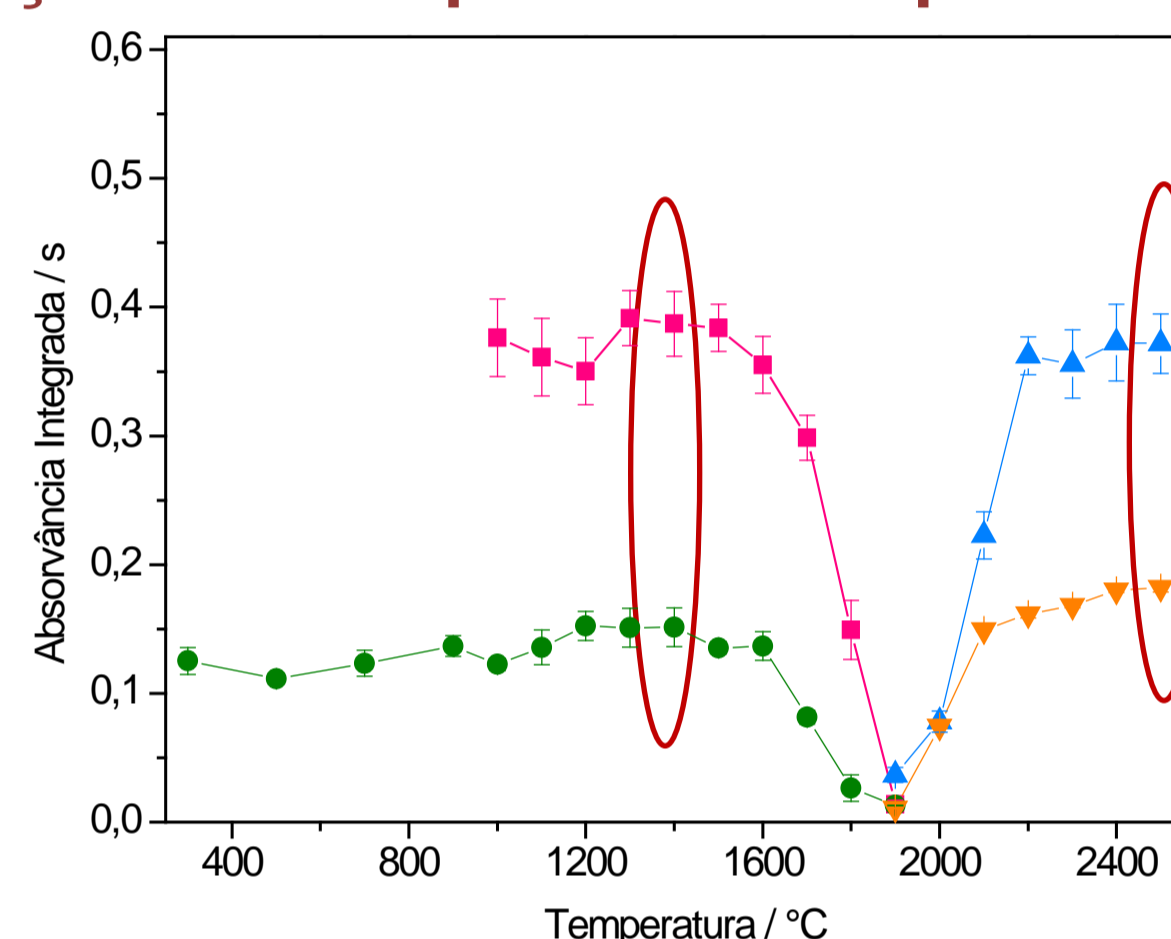
Massas de amostra entre 0,010 e 1,300 mg foram analisadas.

Tp: 1100 C; Ta: 2300 C;
Modificador químico: 5µg Pd + 3 µg Mg + 0,05 % Triton X-100.

Otimização da massa de modificador químico



Otimização das temperaturas de pirólise e atomização



Tp: 28 ng Sb (-●-); Tp: Amostra PET 01 (-■-); Ta: 28 ng Sb (-▼-); Ta: Amostra PET 01 (-▲-).

Parâmetros de Mérito

Parâmetro	Valor
Regressão linear	$A_{int} = 0,0059m$ (ng) + 0,0209
Coefficiente de correlação (r)	0,9987
LD* (mg kg ⁻¹)	1,8
LQ* (mg kg ⁻¹)	6,0
Massa característica (ng)	0,67

Determinação de antimônio em embalagens PET

Amostra	Teor de antimônio (mg kg ⁻¹) (n = 6)
01	289 ± 21
02	323 ± 18
03	268 ± 21
04	239 ± 16
05	276 ± 23
06	194 ± 15
07	268 ± 16
08	248 ± 11

- Os desvios padrão relativos obtidos foram < 10%.

Verificação da exatidão (mg kg⁻¹ Sb)

Amostra	Valor certificado	Teor de antimônio
CRM 680k	10,1 ± 1,6	9,7 ± 1,4
CRM 681k	99 ± 6	97 ± 7,0

CONCLUSÕES

A técnica de SS-GF AAS se mostrou sensível, exata e precisa para a determinação de Sb em embalagens PET, possibilitando a análise rápida das amostras e o emprego de padrões aquosos para as curvas de calibração.

Agradecimentos: CNPq, CAPES e INCT- CIEnAm