

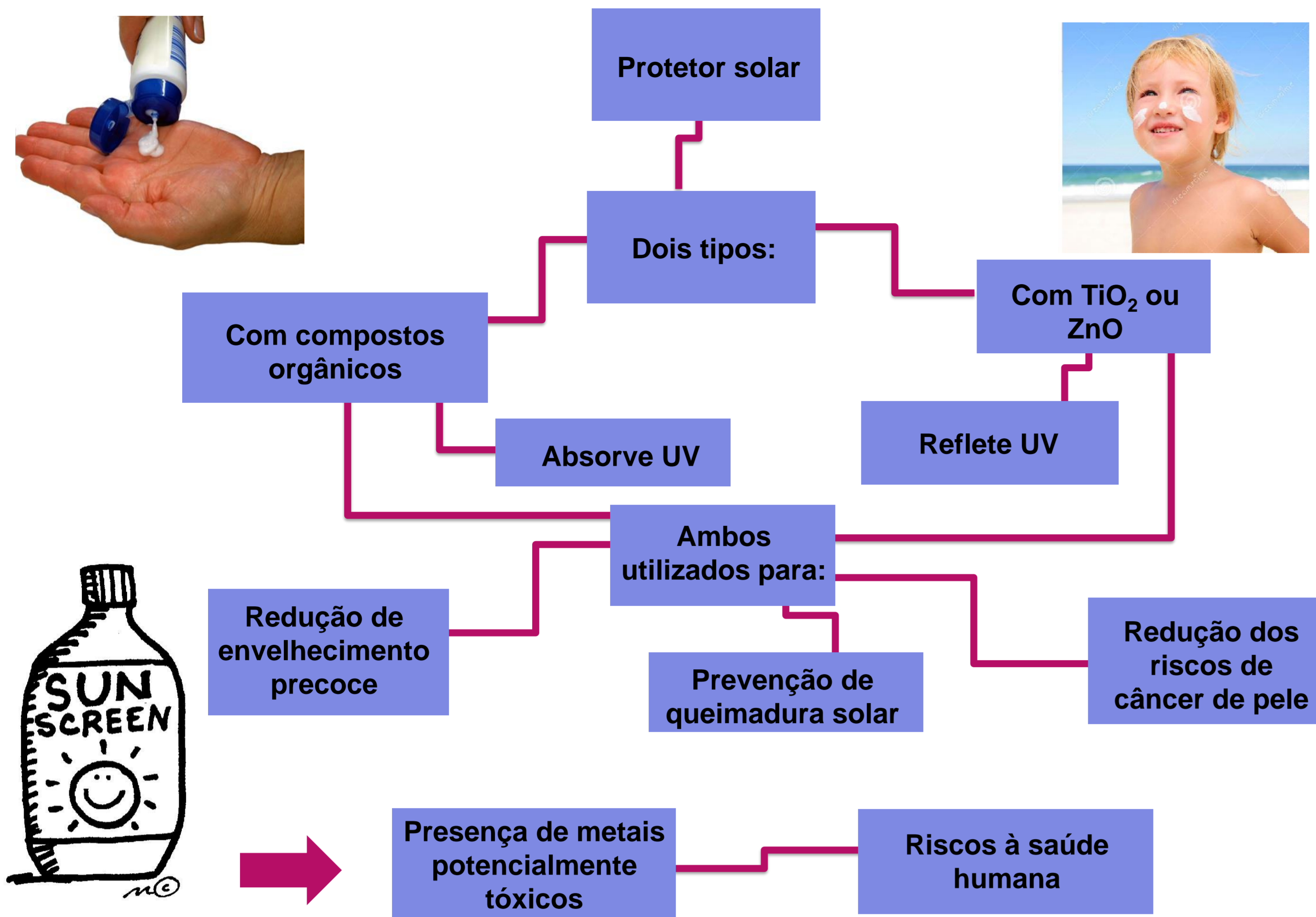
Determinação de Pb e Cr em amostras de protetor solar por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua e forno de grafite com análise direta (HR-CS DS-GF AAS)

TATIANE PRETTO¹, MARIA GORETI RODRIGUES VALE^{1,2}

¹ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil

² Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia do CNPq, INCT de Energia e Ambiente, Universidade Federal da Bahia, 40170-115 Salvador, BA, Brasil

INTRODUÇÃO



OBJETIVO

Desenvolver um método analítico viável e rápido para determinação de chumbo e cromo em amostras de protetor solar por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua e forno de grafite utilizando análise direta (HR-CS DS-GF AAS).

EXPERIMENTAL

REAGENTES

- ➔ Calibração: Soluções padrão aquosas de Pb e Cr
- ➔ Massa de amostra: 0,3 – 4,5 mg

DIGESTÃO

- ➔ HCl 37% (v/v) (Merck, Alemanha)
- ➔ HNO₃ 65% (v/v) (Merck, Alemanha)
- ➔ HF 40% (v/v) (Merck, Alemanha)

INSTRUMENTAÇÃO

- ➔ Amostrador sólido: SSA6 (Analytik Jena, Alemanha)
- ➔ Microbalança : M2P- Sartorius

HR-CS DS-GF AAS



- ✓ ContrAA 700 (Analytik Jena, Alemanha);
- ✓ Plataformas para amostragem sólida (Analytik Jena);
- ✓ Forno de grafite para amostragem sólida (Analytik Jena);
- ✓ Pb: λ: 283,306 nm (CP±1);
- ✓ Cr: λ: 359,349 nm (CP±1);

Programa de aquecimento do forno de grafite

Etapas	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Tempo de permanência (s)	Fluxo de gás (L min ⁻¹)
Secagem 1	90	10	20	2
Secagem 2	130	10	40	2
Pirólise	1200 ^a / 1300 ^b	300	30	2
Atomização	2100 ^a / 2600 ^b	3000	10	0
Limpeza	2650	500	6	2

^a Pb ^b Cr

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Curvas de pirólise e atomização

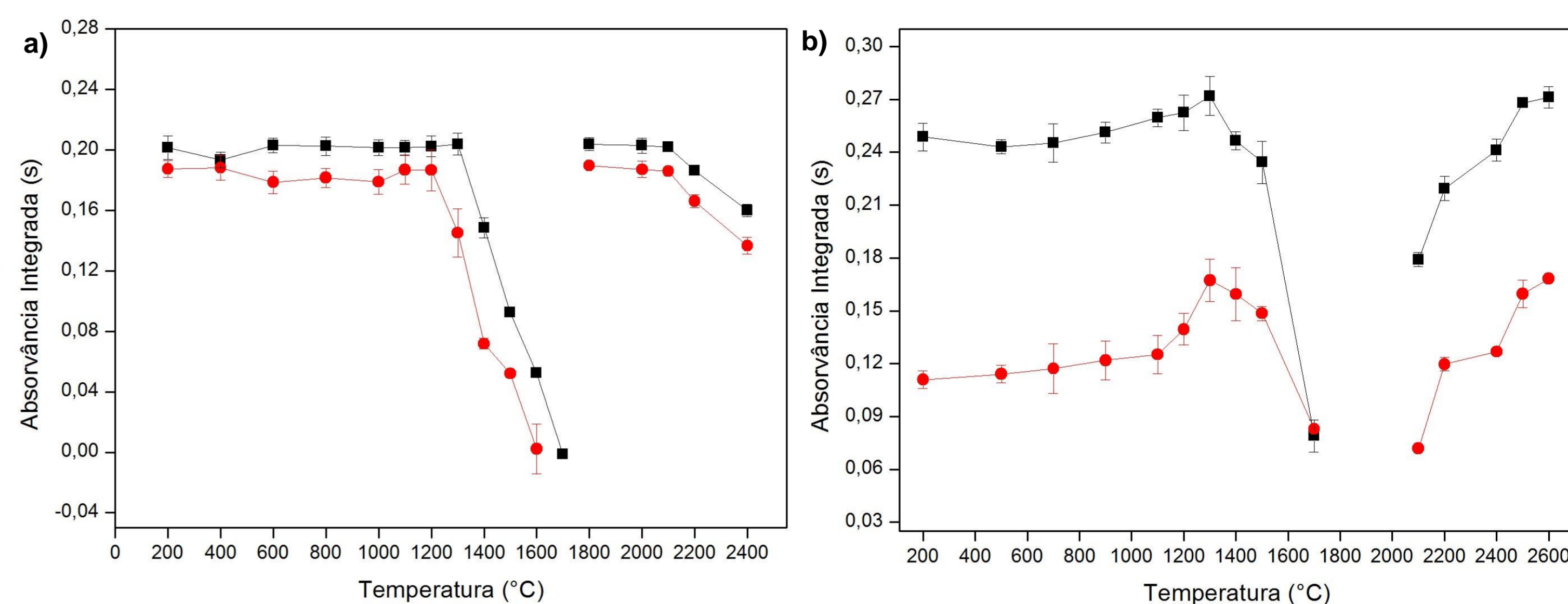


Fig. 1 Curvas de pirólise e atomização para a) 0,5 ng Pb (■) e Pb na amostra M1 (●), T_{pir}= 1200 °C e T_{atom}= 2100 °C; b) 150 pg Cr (■) e Cr na amostra M1 (●), T_{pir}= 1300 °C T_{atom}= 2600 °C. Absorvância normalizada para 1,0 mg de amostra.

Sinais de Absorvância para Pb e Cr

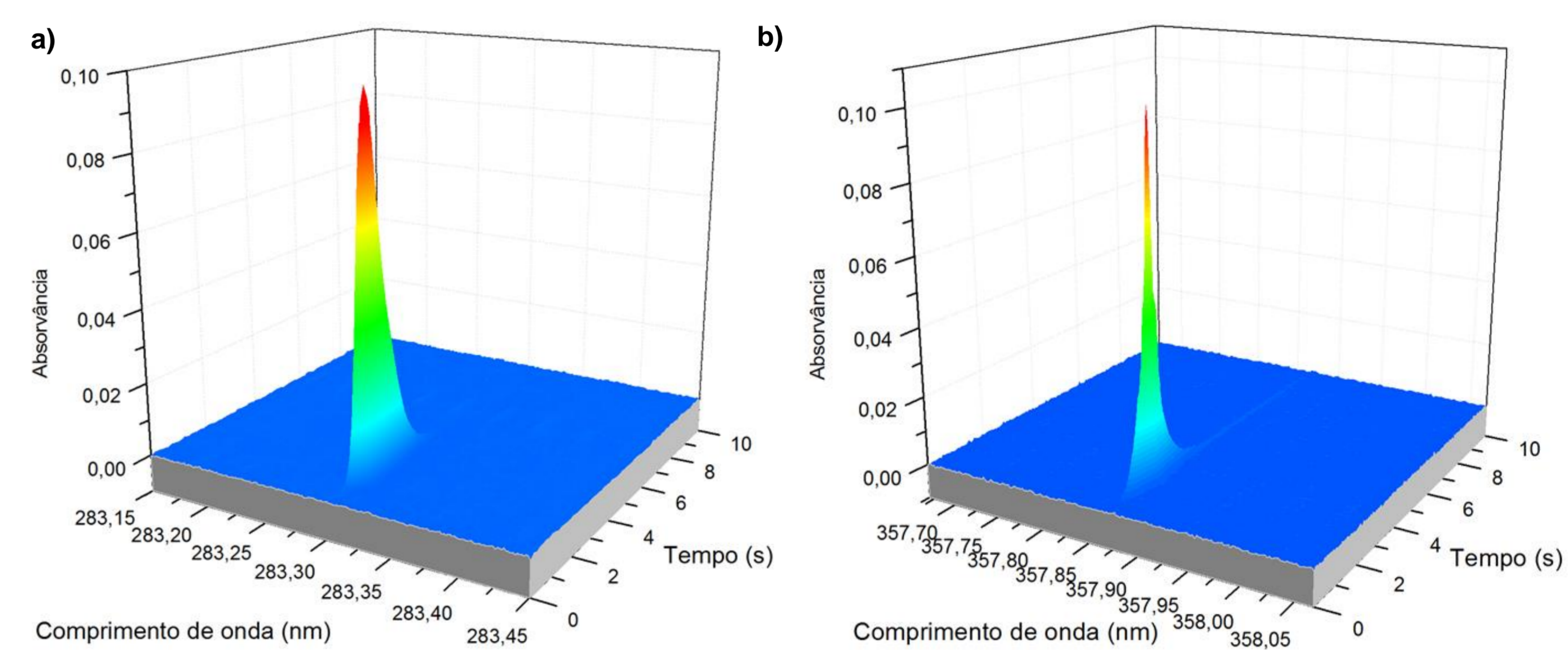


Fig. 2 Perfis de absorvância para amostra M1 a) Pb T_{pir}= 1200 °C e T_{atom}= 2100 °C b) Cr e T_{pir}= 1300 °C T_{atom}= 2600 °C. Ambos normalizados para 1,0 mg de amostra.

Parâmetros de mérito

Analito	Equação de regressão linear	R	m _o /pg	LD* (µg kg ⁻¹)	LQ* (µg kg ⁻¹)
Pb	A _{int} = 0,3019 m (ng) + 0,0051	0,9960	10	3	9
Cr	A _{int} = 0,0017 m (pg) + 0,0067	0,9985	3	1	4

*Calculado para 4,5 mg de amostra

Resultados analíticos obtidos para Pb e Cr

Amostra	Concentração de Pb (µg g ⁻¹)		Concentração de Cr (µg g ⁻¹)			
	Valor encontrado	RSD (%)	Digestão	Valor encontrado	RSD (%)	Digestão
M1	0,52 ± 0,04	8	0,57 ± 0,03	0,22 ± 0,02	9	0,23 ± 0,01
M2	0,18 ± 0,01	6	0,16 ± 0,02	0,15 ± 0,01	6	0,15 ± 0,01
M3	1,75 ± 0,10	6	1,71 ± 0,09	0,18 ± 0,02	11	-----
M4	< LQ	-	-----	0,15 ± 0,01	6	-----
M5	0,18 ± 0,01	6	-----	0,11 ± 0,01	9	-----
M6	0,44 ± 0,03	7	0,46 ± 0,01	0,65 ± 0,07	11	0,69 ± 0,04
M7	0,027 ± 0,002	7	-----	0,59 ± 0,05	9	-----
M8	0,43 ± 0,03	7	0,42 ± 0,02	0,52 ± 0,06	11	-----
M9	0,09 ± 0,01	11	-----	0,10 ± 0,01	10	-----
M10	0,72 ± 0,04	5	-----	0,17 ± 0,01	6	-----
M11	< LQ	-	-----	0,10 ± 0,01	10	-----

CONCLUSÃO

O método desenvolvido nesse trabalho para determinação de Pb e Cr em amostras de protetor solar mostrou-se rápido, exato e preciso. Foi possível a calibração com padrões aquosos. A amostragem direta reduziu o manuseio da amostra e a alta sensibilidade da técnica tornou o método adequado para análises de rotina.

Agradecimentos