

Estudo da viabilidade do uso da amostragem direta de sólidos para a determinação de chumbo em amostras de tabaco por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS)



Luciane L. François¹, Alvaro T. Duarte¹, Morgana B. Dessuy^{1,2}, Maria Goreti R. Vale^{1,2}, Emilene M. Becker³

¹ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre – RS

² Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia do CNPq – INCT de Energia e Ambiente, Universidade Federal da Bahia, Salvador – BA

³ Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Campus Capão do Leão – RS

E-mail: luhfrancois@gmail.com

Introdução



- Plantas de tabaco podem absorver metais e concentrá-los em suas folhas;
- A principal fonte de contaminação são agrotóxicos, fertilizantes, pesticidas e herbicidas utilizados para o cultivo da planta;
- Fumar 20 cigarros equivale a inalação de 1 a 5 µg de Pb, sendo que uma concentração sanguínea maior que 100 µg L⁻¹ é considerada elevada.

Amostragem direta de sólidos

- Maior sensibilidade;
- Baixo risco de contaminação;
- Redução dos riscos de perda do analito;
- Resultados rápidos;
- Menor quantidade de amostra;
- Redução no uso de reagentes.

Z-GF AAS

- Utilizada para determinação de metais traço em diversos tipos de amostras;
- O corretor de fundo baseado no efeito Zeeman é o mais eficiente se comparado com outros corretores de fundo para fonte de linha.

Objetivo

Desenvolver um método analítico para a determinação de Pb em amostras de tabaco por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite utilizando amostragem direta de sólidos e corretor de fundo baseado no efeito Zeeman.

Parte Experimental

Preparo de amostra

- Moídas em moinho equipado com acessório de facas;
- Secas em estufa por 3 horas na temperatura de 80 ± 5 °C;
- Peneiradas em malha de 45µm.

Equipamentos

- Acessório manual de amostragem sólida: SSA6 (Analytik Jena, Alemanha);
- Micro-balança: M2P- Sartorius;
- Micro-moinho: Micro-mill A11 Basic (IKA-Werke, Staufen, Alemanha);
- Forno e plataforma de grafite recobertos piroliticamente;
- ZEE nit 650 P (Analytik Jena, Alemanha):
 - Correção de fundo baseado no efeito Zeeman e campo magnético transversal;
 - Forno de grafite aquecido transversalmente;
 - Lâmpada de cátodo oco de Pb;
 - λ: 283,3 nm; i: 3,0 mA; Força do campo magnético: 0,8 T.

Parte Experimental

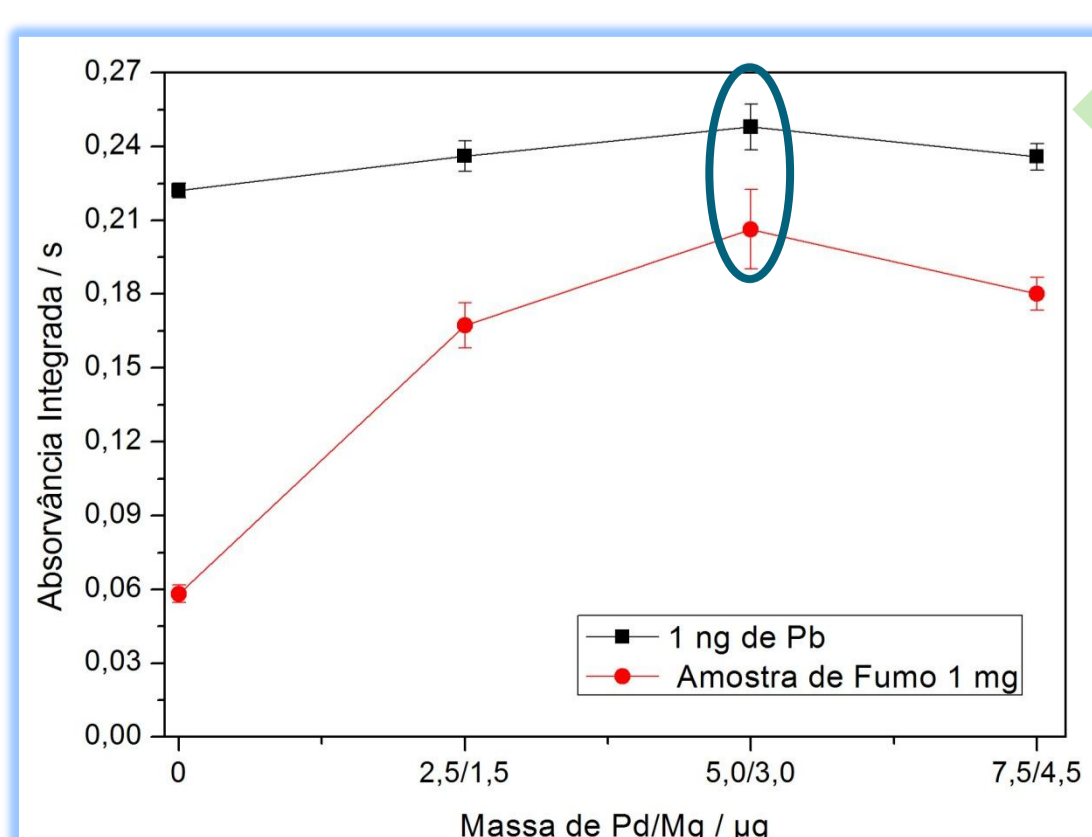
Programa de aquecimento

Etapa	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Patamar (s)
Secagem	110	10	20
Secagem	150	10	20
Pirólise	1100	300	30
Atomização	2200	3000	6
Limpeza	2300	1000	4

Em todas as etapas foi utilizado argônio como gás de purga com vazão de 2 L.min⁻¹, exceto na atomização.

Resultados

Estudo da massa de modificador químico

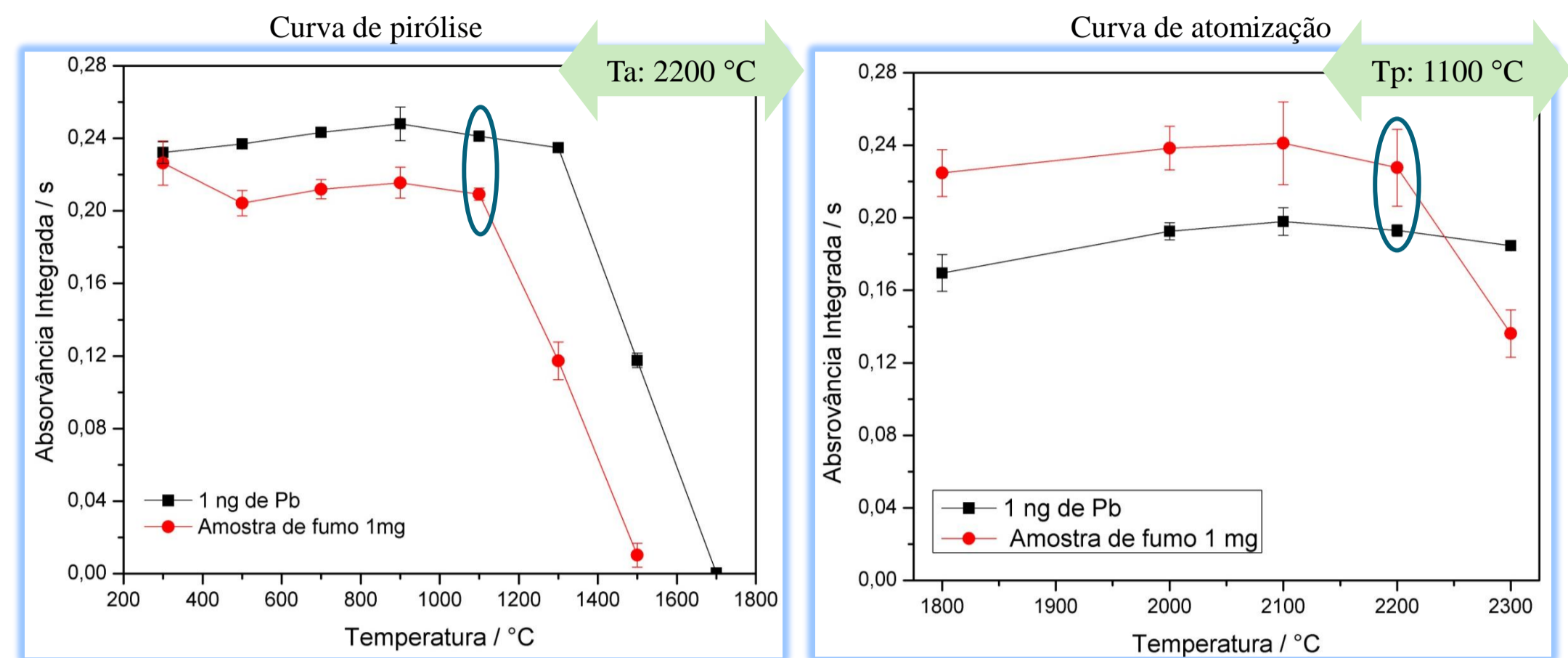


Tp: 1100 °C; Ta: 2200 °C;

Condição Otimizada
10 µL da solução:
0,05% Pd + 0,03% µg Mg +
0,05% Triton X-100

As curvas de pirólise, atomização e calibração foram feitas com esta condição de modificador químico.

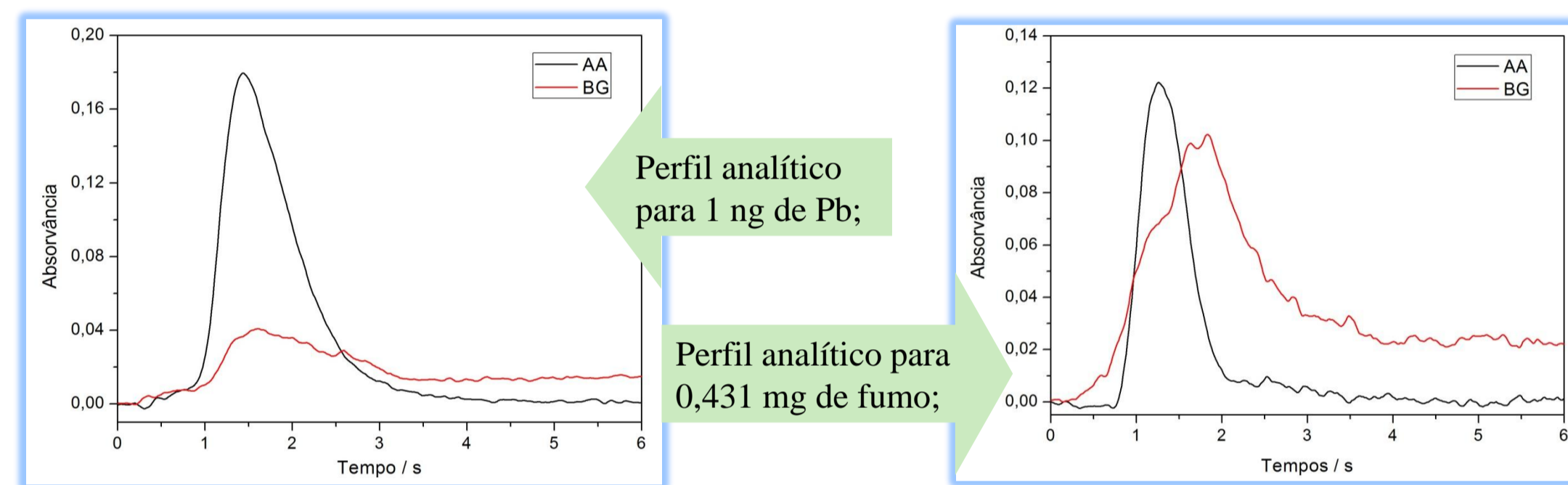
Curvas de Pirólise e Atomização



Condição Otimizada

Temperatura de pirólise: 1100 °C;
Temperatura de atomização: 2200 °C.

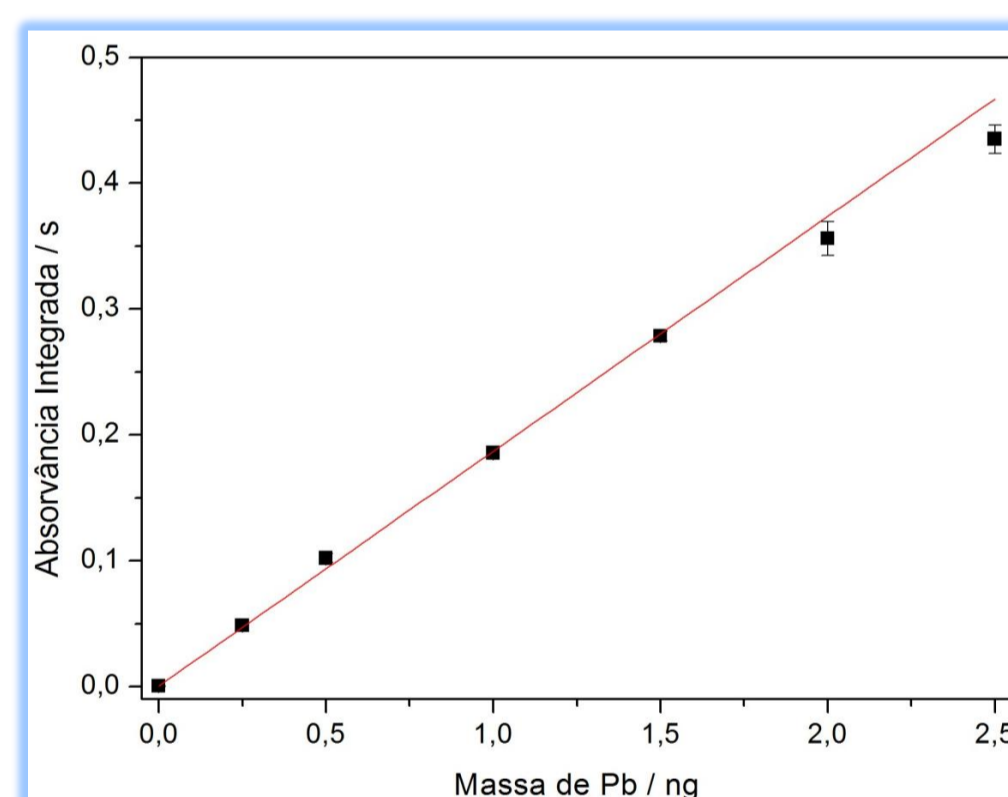
Perfis de sinais analíticos



Tp: 1100 °C, Ta: 2200 °C; A_{int} = 0,1857 s.

Tp: 1100 °C, Ta: 2200 °C; A_{int} = 0,1223 s.

Curva de Calibração e Parâmetros de Mérito



Parâmetros

Equação da curva	A _{int} = 0,0005 + 0,1866 m _{Pb} ^a
Coefficiente de correlação	0,9986
LD ^b (ng g ⁻¹)	7,3
LQ ^b (ng g ⁻¹)	24,3
m ₀ (pg)	24,1

^a Massa calculada em ng; ^b LD e LQ calculados para 1,000 mg de amostra;

Determinação de Pb nas amostras de fumo e cigarro

Amostra	Valor certificado (ng mg ⁻¹)	Valor encontrado (ng mg ⁻¹)
Virginia Tobacco Leaves (CTA-VTL-2)	22,1 ± 1,2	20,9 ± 2,63
Blend de Tabaco		0,685 ± 0,066
Fumo		0,967 ± 0,087
Fumo SC		0,825 ± 0,076
Cigarro PM MV		0,740 ± 0,076
Cigarro SC CD		0,614 ± 0,061

Conclusão

- A técnica de amostragem direta de sólidos por GF AAS se mostrou bastante adequada para a determinação de Pb em amostras de fumo e cigarro;
- Os resultados obtidos para o MRC foram concordantes com os valores de referência, demonstrando que o emprego de curva de calibração com padrões aquosos gera resultados precisos e exatos;
- A amostragem direta de sólido reduziu o manuseio da amostra e tornou o método desenvolvido adequado para análises de rotina.

Agradecimentos

