

Determinação de chumbo em gomas xantana por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite utilizando análise direta de amostras sólidas



Aluna: Flávia Maggioni Bernardi
Orientadora: Prof^a Dr^a Emilene Mendes Becker
Instituto de Química
Universidade Federal do Rio Grande do Sul



INTRODUÇÃO

A xantana é um biopolímero obtido pela fermentação aeróbica da bactéria *Xanthomonas campestris* e é utilizada em grande escala mundial pela indústria farmacêutica, alimentícia, petroquímica e de cosméticos, atuando como estabilizante, espessante e emulsificante.

OBJETIVO

Desenvolvimento de um método analítico para a determinação de Pb em amostras de gomas xantanas por Espectrometria de absorção atômica de alta resolução com forno de grafite (HR-CS GF AAS) por análise direta e após decomposição ácida.

EXPERIMENTAL

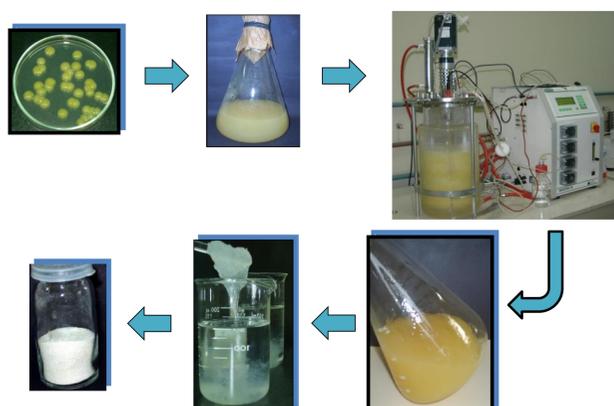
Instrumentação:

- ✓ Espectrômetro de absorção atômica de alta resolução ContrAA 700 (Analytik Jena AG, Alemanha) equipado com forno de grafite e amostrador manual de sólidos.
- ✓ **Parâmetros:** $\lambda = 283,306 \text{ nm}$; Avaliação do sinal: $CP \pm 1$
- ✓ **Modificador:** $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 2% em Triton X-100 (Volume $10 \mu\text{L}$)
- ✓ Balança analítica Europe (Sartorius, Göttingen, Alemanha)

Programa de aquecimento GF AAS

| Etapa | Temperatura (°C) | Rampa (°C s ⁻¹) | Patamar (s) |
|------------|------------------|-----------------------------|-------------|
| Secagem 1 | 90 | 5 | 10 |
| Secagem 2 | 110 | 10 | 15 |
| Secagem 3 | 150 | 10 | 20 |
| Pirólise | 900 | 300 | 30 |
| Atomização | 2100 | 3000 | 6 |
| Limpeza | 2400 | 1000 | 4 |

Obtenção das xantanas produzidas por fermentação



*Diferentes parâmetros de processamento

Determinação de Pb nas amostras por GF AAS

Análise direta de sólidos – SS GF AAS

~0,85 mg amostra



Decomposição de amostras por via úmida Avaliação da exatidão

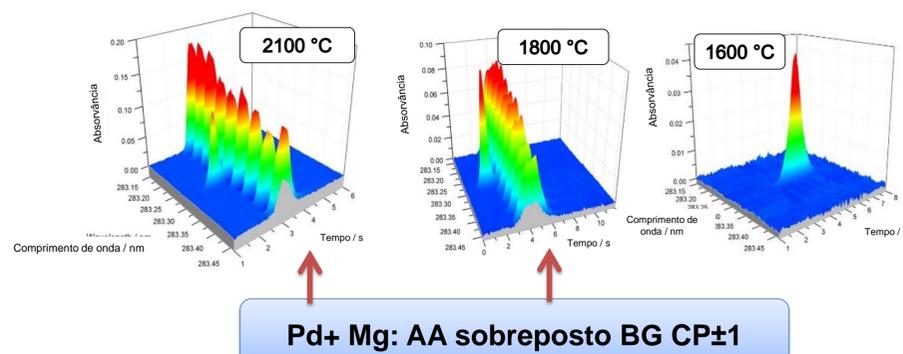
~100 mg amostra
+ 5 mL HNO_3



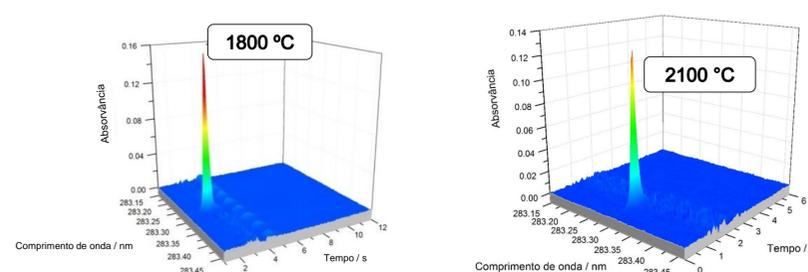
RESULTADOS

Estudo preliminar com Modificador químico Pd+Mg

Amostra Fermentação A



Estudo da influência do Triton-X 100 no modificador químico $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$



Triton X-100 no modificador....

- ☺ Melhor interação da amostra com o modificador
- ☺ Temperatura de atomização até 2100 °C sem interferência no $CP \pm 1$.

Parâmetros de mérito por SS GF AAS

| Parâmetro | Resultado |
|------------------------------|--|
| Curva analítica | $A_{int} = 0.4646 \text{ mPb (ng)} + 0.0146$ |
| R^2 | 0,9951 |
| LOD ($\mu\text{g g}^{-1}$) | 0,0104 |
| LOQ ($\mu\text{g g}^{-1}$) | 0,0347 |
| M_0 (pg) | 9,0 |

Determinação de chumbo nas amostras de xantana por SS GF AAS

($T_p = 900 \text{ }^\circ\text{C}$; $T_a = 2100 \text{ }^\circ\text{C}$)

| Amostra | Pb ($\mu\text{g g}^{-1} \pm \text{sd}$), n = 5 |
|---------------|--|
| Fermentação A | $0,337 \pm 0,052$ |
| Fermentação B | $0,112 \pm 0,023$ |
| Fermentação C | $0,458 \pm 0,052$ |
| Comercial A | $0,028 \pm 0,013$ |
| Comercial B | $0,145 \pm 0,020$ |
| Comercial C | $0,070 \pm 0,012$ |

CONCLUSÕES

➤ A análise direta de sólidos associada com HR-CS GF AAS mostrou ser uma alternativa eficaz quando se requer o uso de pequena quantidade de amostra com o mínimo de preparo;

➤ As interferências espectrais no $CP \pm 1$ foram eliminadas usando $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ na presença de Triton X-100 como modificador químico, podendo ser utilizadas temperaturas de atomização maiores que 1800 °C;

➤ Os teores de Pb nas amostras analisadas ficaram abaixo do estabelecido pela legislação vigente para xantana como aditivo alimentar (Anvisa: $\text{Pb} < 0,0002\%$ ou $2 \mu\text{g g}^{-1}$).