



|                   |   |
|-------------------|---|
| <b>Evento</b>     | Salão UFRGS 2015: SIC - XXVII SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS              |
| <b>Ano</b>        | 2015  |
| <b>Local</b>      | Porto Alegre - RS   |
| <b>Título</b>     | Desenvolvimento de método para determinação de Pb em amostras de xantana pv Pruni |
| <b>Autor</b>      | FLÁVIA MAGGIONI BERNARDI  |
| <b>Orientador</b> | EMILENE MENDES BECKER   |

## **Desenvolvimento de método para determinação de Pb em amostras de xantana**

Flávia Maggioni Bernardi

Orientadora: Prof<sup>a</sup>Dr<sup>a</sup> Emilene Mendes Becker

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

As xantanas são biopolímeros naturais produzidos por fermentação utilizando bactérias do gênero *Xanthomonas*. São utilizados por diversos ramos da indústria – principalmente o alimentício - como estabilizante, espessante e emulsificante. Contudo, durante a etapa de processamento, ela pode ser contaminada com metais tóxicos através do uso de reagentes de baixo grau de pureza. O objetivo deste estudo é o desenvolvimento de um método analítico para a determinação de Pb por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua com forno de grafite (HR-CS GF AAS) em amostras de gomas xantanas comerciais e nas produzidas em escala piloto.

Para determinação de metais tóxicos em baixas concentrações, a técnica de espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GF AAS) tem sido muito utilizada. Esta técnica permite a análise tanto de amostras líquidas como sólidas. A análise direta de sólidos apresenta como principal vantagem o manuseio mínimo das amostras, evitando assim contaminações. Contudo, a análise direta aplicada para determinação de elementos traço pode acarretar em interferências espectrais e não-espectrais que podem ser adequadamente investigadas e corrigidas através da HR-CS AAS, fornecendo uma série de informações indisponíveis em instrumentos convencionais, também chamados fontes de linhas.

Todas as medidas foram feitas em um espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua em forno de grafite, modelo ContrAA 700 (AnalytikJena). A avaliação do sinal foi feita utilizando-se 3 pixels (CP±1) na linha analítica de 283,306 nm. Foram utilizados tubos de grafite pirolíticos com aquecimento transversal para amostragem sólida e com plataforma integrada para as amostras em solução. Para análise direta de sólidos, em torno de 0,80 mg das amostras foram pesadas diretamente na plataforma de grafite usando uma microbalança (Sartorius), com uma precisão de 0,001 mg. Para eliminar a interferência parcialmente sobreposta ao sinal analítico do Pb no CP±1, foram investigados os modificadores químicos em solução Pd 0,1% (m/v) + Mg 0,06% (m/v), na presença de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e HNO<sub>3</sub>, e NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1% (m/v) em Triton X-100 0,05% (v/v). Embora a solução de Pd/Mg com HNO<sub>3</sub> minimizasse a interferência no CP, o modificador que permitiu uma adequada eliminação da absorção do fundo no CP ±1 foi NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (0,2 mg) nas temperaturas de pirólise e atomização de respectivamente 900 e 1800°C, que estabiliza o sinal analítico de Pb tanto das amostras como dos padrões aquosos. Três amostras de xantana produzidas em escala piloto em diferentes condições de fermentação variaram a concentração de Pb entre 68 e 909 ng.g<sup>-1</sup>. Nas amostras comerciais, os resultados da determinação de Pb foram entre 21 e 153 ng.g<sup>-1</sup>.

Para validação dos resultados da análise direta de sólidos, foi feita a decomposição ácida assistida por irradiação com micro-ondas. Para isso, em torno de 0,15 g de amostra foi misturada com 4 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado e 2 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e submetidas a irradiação por micro-ondas. Após as amostras digeridas foram avolumadas a 10 mL com água ultra-pura. A determinação de Pb foi efetuada usando modificador químico Pd 0,1% (m/v) + Mg 0,06% (m/v) em solução. O programa de temperatura foi otimizado, usando 900 °C e 2100 °C como temperatura de pirólise e atomização respectivamente. O método de decomposição foi aplicado a uma das amostras avaliadas pelo método da análise direta de sólidos e os resultados obtidos entre os métodos não mostraram diferença significativa. Outras amostras ainda serão investigadas para completa validação do método de análise direta de sólidos. Um método para determinação de Pb em amostras de xantana simples e rápido foi desenvolvido empregando análise direta de amostras.

