

TATIANE PRETTO (IC)¹, ARIANE V. ZMOZINSKI (PQ)¹, MARIA GORETI R. VALE (PQ)^{1,2}

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

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

*e-mail: tatianepretto@gmail.com

INTRODUÇÃO



OBJETIVO

Desenvolver um método analítico simples, rápido e exato para a determinação sequencial de cádmio e cromo em amostras de tanino por espectrometria de absorção atômica de alta resolução fonte contínua e forno de grafite utilizando amostragem direta de sólidos.

EXPERIMENTAL

REAGENTES

- Calibração: Soluções padrão aquosas de Cd e Cr
- Massa de amostra: 0,02 – 0,25 mg

PREPARO DE AMOSTRA

- Móidos em micro-moinho
- Peneirados em peneira de poliéster de 200 µm
- Secados em 50 °C por seis horas em uma estufa

INSTRUMENTAÇÃO

- Amostrador sólido: SSA6 (Analytik Jena, Alemanha)
- Micro balança: M2P- Sartorius
- Micro moinho A 11 Basic (IKA – Werke, Germany)

HR-CS SS-GF AAS



- ✓ ContrAA 700 (Analytik Jena, Alemanha);
- ✓ Plataformas para sólido (Analytik Jena Part no. 407-152.023)
- ✓ Forno de grafite para sólido (Analytik Jena Part no. 407-A81.303)
- ✓ Cr: λ: 357,9 nm (CP ± 1);
- ✓ Cd: λ: 228,8 nm (CP ± 1)

Programa de aquecimento do forno de grafite

Etapas	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Tempo de permanência	Fluxo de gás (L min ⁻¹)
Secagem 1	90	10	20	2
Secagem 2	120	20	40	2
Pirólise	400	300	40	2
Atomização ^a	1500	3000	8	0
Resfriamento e troca de comprimento de onda				
Pirólise	1500	500	1	2
Atomização ^b	2500	3000	7	0
Limpeza	2650	500	8	2

^a Atomização do Cd

^b Atomização do Cr

RESULTADO E DISCUSSÃO

Curvas de pirólise e atomização

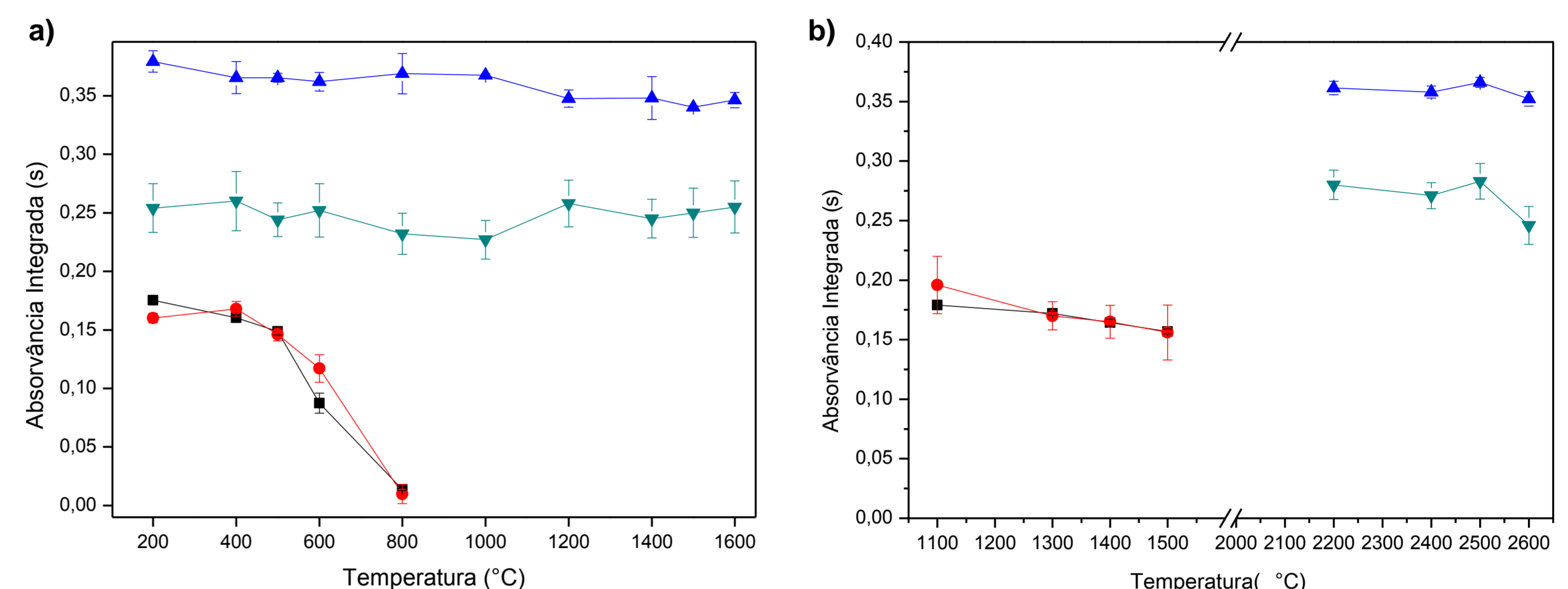


Fig. 1: a) Curvas de pirólise para 10 pg Cd (●) e 150 pg Cr (▲); Cd (●) e Cr (▼) na amostra de tanino pinus. T_{atom} = 1500 °C e 2500 °C para Cd e Cr, respectivamente. b) Curvas de atomização para 10 pg Cd (●) e 150 pg Cr (▲); Cd (●) e Cr (▼) na amostra de tanino pinus. T_{pir} = 400 °C para Cd e T_{pir} = 400 °C e 1500 °C para Cr. A absorvância foi normalizada para 0,25 mg de amostra.

Perfis de sinais analíticos

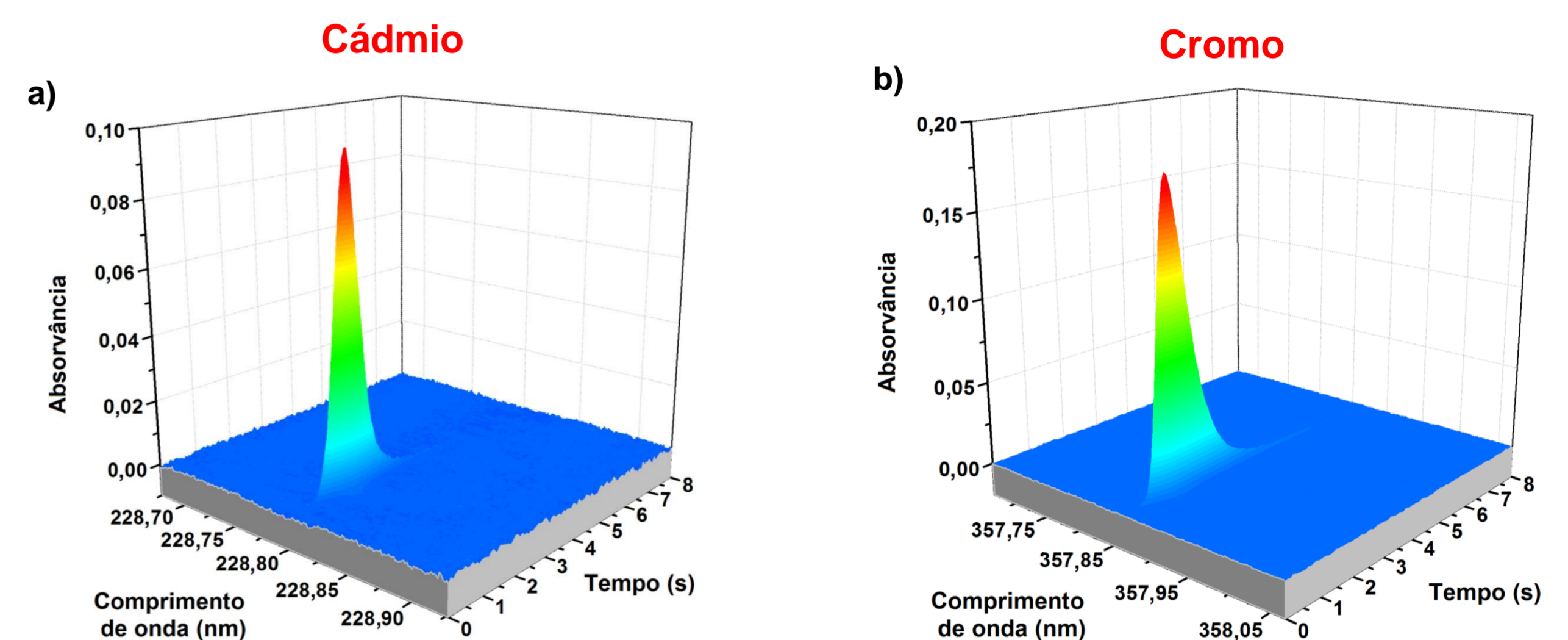


Fig. 2: Perfis de absorvância para a amostra de tanino pinus a) Cd e b) Cr. T_{pir} = 400 °C para Cd e T_{pir} = 400 °C e 1500 °C para Cr. T_{atom} = 1500 °C para Cd e 2500 °C para Cr.

Parâmetros de mérito

Analito	Equação de regressão linear	R	m ₀ /pg	LOD ^a / µg kg ⁻¹	LOQ ^a / µg kg ⁻¹
Cd	A _{int} = 0,01316m (pg) + 0,00201	0,99952	0,31	0,5	2
Cr	A _{int} = 0,00194 m (pg) + 0,01346	0,99781	2,2	17	57

^aCalculado para 0,25 mg de amostra

CRM	Cd			Cr		
	Certificado	Encontrado	RSD (%)	Certificado	Encontrado	RSD (%)
Nó de pinheiro (mg kg ⁻¹)	0,23 ± 0,04	0,20 ± 0,01	6	-	-	-
Ramos de arbustos (mg kg ⁻¹)	-	-	-	2,6 ± 0,2	2,8 ± 0,2	7
Chá (µg kg ⁻¹)	62 ± 4	64 ± 4	7	0,45 ± 0,1	0,46 ± 0,02	3

Resultados analíticos obtidos

Amostras	Concentração de Cd (µg kg ⁻¹)		Concentração de Cr (mg kg ⁻¹)	
	Valor encontrado	RSD (%)	Valor encontrado	RSD (%)
Tanino pinus	180 ± 25	14	3,1 ± 0,3	9
Tanino acácia-negra	2,6 ± 0,3	10	3,2 ± 0,2	6
Tanino quebracho	3,5 ± 0,2	7	0,8 ± 0,1	13
Tanino mimosa	8,0 ± 0,8	10	1,8 ± 0,1	5
Tanino castanheiro	53 ± 8,0	15	2,4 ± 0,2	8
Tanino enológico 1	3,8 ± 0,4	10	3,1 ± 0,2	6
Tanino enológico 2	21 ± 2	9	3,0 ± 0,4	13
Tanino tara	3,7 ± 0,4	11	4,4 ± 0,3	7

CONCLUSÕES

- ✓ O método mostrou-se rápido, exato e preciso;
- ✓ Foi possível realizar a calibração com padrões aquosos;
- ✓ A amostragem direta reduziu o manuseio da amostra e a elevada sensibilidade da técnica tornou o método adequado para análises de rotina.