

ESTUDOS DA DECOMPOSIÇÃO ÁCIDA DE AMOSTRAS DE PORCELANA COM AUXÍLIO DA ENERGIA ULTRASSÔNICA PARA POSTERIOR DETERMINAÇÃO DE Fe E Zn POR F AAS

**LAURA MACHADO NEUTZLING¹; ELIÉZER QUADRO ORESTE²; ALEXANDER
OSSANES DE SOUZA²; MARIANA ANTUNES VIEIRA²; ANDERSON
SCHWINGEL RIBEIRO³**

¹Universidade Federal de Pelotas – laura_ntz@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA.

³Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

As porcelanas tratam-se de matrizes extremamente complexas, as quais são fabricadas em todos os países a partir de matéria prima local. Contudo, não há um controle de qualidade com relação à presença de contaminantes inorgânicos desses materiais, seja no produto final ou nos materiais utilizados em sua fabricação (KOLAR, 2000). Portanto, a utilização de utensílios de porcelana para o preparo de alimentos pode apresentar riscos à saúde humana devido a possível migração de espécies metálicas, que normalmente estão contidas nos corantes cerâmicos, para os alimentos.

Devido a essa problemática, fica evidente a necessidade do desenvolvimento de metodologias analíticas para a determinação de metais em porcelanas, a fim de garantir uma maior segurança alimentar. Para isso, as atenções são voltadas para a etapa de preparo das amostras, pois esta apresenta a maior probabilidade de erros, principalmente devido à natureza da amostra. Como alternativa para esta etapa tem-se a decomposição ácida, a qual pode se dar tanto em sistema fechado ou aberto, além do emprego de temperatura para aquecimento (KRUG, 2010). O uso de sistemas abertos de decomposição não é apropriado, pois dependendo do analito a ser determinado, poderá haver a volatilização do mesmo e/ou dos ácidos empregados durante o aquecimento. Para o sistema fechado, a decomposição mais usual é assistida por micro-ondas (XIANG et. al., 2005), contudo trata-se de um instrumento caro e que nem todos os grupos de pesquisa tem acesso. Uma alternativa para a decomposição desse tipo de amostra em estudo seria o uso de energia ultrassônica. Essas ondas podem conduzir processo de extração, dissolução e decomposição, quando aplicadas a amostras sólidas em pó, dispersas num meio líquido apropriado (PRIEGO-CAPOTE e CASTRO, 2007).

Com base no que foi apresentado, o presente trabalho tem como objetivo desenvolver uma metodologia para a decomposição ácida de amostras de porcelanas para a posterior determinação de Fe e Zn por espectrometria de absorção atômica em chama (F AAS).

2. METODOLOGIA

Inicialmente, três amostras de porcelanas importadas adquiridas em comércio local, foram selecionadas para o estudo. Estas foram lavadas e secas, para posteriormente serem fragmentadas, transformadas em pó com o auxílio de gral e pistilo, e peneiradas em um sistema de agitação com peneiras de diferentes granulometrias (300, 150, 53 e 25 µm).

Para o desenvolvimento de uma metodologia é necessário adotar as melhores condições para o preparo das amostras. Sendo assim, uma das amostras foi selecionada para estudo de otimização do volume de ácido para o processo de decomposição e após esse estudo preliminar, foi selecionada a massa de 25 mg como sendo a mais adequada.

Para a realização da decomposição dessas amostras, foram pesadas 25 mg de amostra com uma granulometria de 25 – 53 μm e em seguida adicionada uma mistura ácida contendo 0,5 mL de HF e 0,5 mL de HNO_3 . Posteriormente, estas soluções foram colocadas em um banho ultrassônico sob as seguintes condições: temperatura de 40 $^\circ\text{C}$ e tempo de sonificação de 2 h. Após esse período, as soluções resultantes foram avolumadas a 20 mL com uma solução de H_3BO_3 4,5 % (m/v), a fim de neutralizar o HF, uma vez que o resíduo desse ácido pode danificar os instrumentos durante as medidas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Avaliação da concentração ácida para o preparo das amostras.

Para este estudo foi variado o volume dos ácidos empregados (0,5, 1,0 e 2,0 mL) em diferentes proporções. Os volumes em diferentes concentrações dos ácidos nas soluções finais de HNO_3 e HF foram de, 1,6, 3,2 e 6,5 % (m/v) e 1,0, 2,0 e 4,0 % (m/v) respectivamente. O estudo realizado para os dois analitos avaliados é mostrado na Figura 1 a seguir.

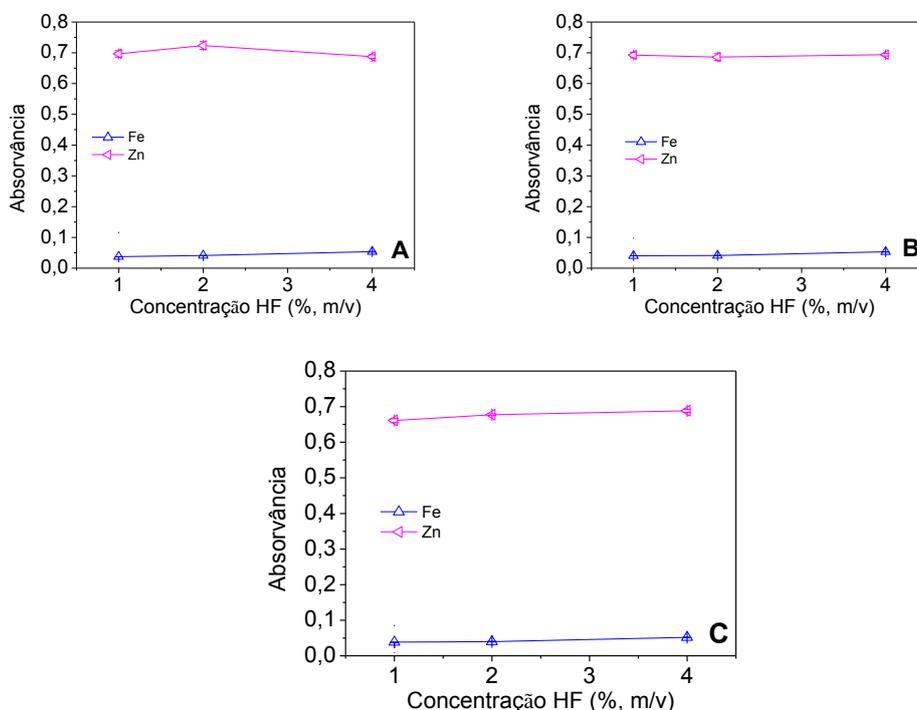


Figura 1 – Avaliação da concentração ácida para o preparo de amostras de porcelanas na determinação de Fe (-▲-) e Zn (-◄-). Concentrações de 1,6 (A), 3,2 (B) e 6,5 % m/v (C) de HNO_3 .

Conforme visualizado na Figura 1 não houve diferenças significativas no sinal de absorvância conforme a variação dos ácidos. Sendo assim, foi adotada a menor concentração dos ácidos: 1,6 e 1,0 % m/v, para HNO₃ e HF, respectivamente, o que corresponde a 0,5 mL de ambos os ácidos.

3.2. Resultados Analíticos

Após otimizar as condições ótimas para o preparo das amostras, a metodologia proposta foi então aplicada a três diferentes porcelanas para a determinação de Fe e Zn por F AAS. A Tabela 1 mostra os parâmetros de mérito obtidos para os analitos estudados.

Tabela 1 – Parâmetros de mérito para Fe e Zn obtidos por F AAS.

Analito	Faixa Linear (mg L ⁻¹)	a (L mg ⁻¹)	R	LD (mg g ⁻¹)	LQ (mg g ⁻¹)
Fe	1 - 6	0,0176	0,998	0,0575	0,2312
Zn	0,5 -1,5	0,1852	0,999	0,0068	0,0228

Os resultados de concentração dos analitos encontrados nas amostras estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Resultados para Fe e Zn obtidos nas amostras de porcelanas por F AAS (n=9).

Amostra	Concentração $\bar{x} \pm sd$, mg g ⁻¹ (RSD, %)	
	Fe	Zn
A	6,770 ± 0,111 (1,6)	0,486 ± 0,008 (1,6)
B	1,468 ± 0,044 (3,0)	2,852 ± 0,056 (2,0)
C	4,139 ± 0,130 (3,1)	0,058 ± 0,002 (3,4)

A= Caneca 1; B= Caneca 2; C= Conjunto Xícara e pires.

De acordo com os valores apresentados na Tabela 2, percebe-se que foram obtidos resultados precisos, uma vez o RSD médio corresponde a 2,5 %. Com relação às amostras, houve uma variação nas concentrações, mostrando que dependendo da natureza da porcelana há uma grande diferença na concentração dos metais presentes nas louças destinadas ao uso doméstico.

Para validar a metodologia proposta, foram realizados testes de adição de uma concentração conhecida de analito em todas as amostras: 2,4 e 0,4 mg g⁻¹ de Fe e Zn, respectivamente. Como resultados desse teste, foram obtidas ótimas recuperações, as quais ficaram em geral em uma faixa de 91,5 a 107,5 %. Isso mostra que a metodologia desenvolvida apresentou excelente exatidão, podendo então ser empregada para o controle desses metais em amostras de porcelanas.

4. CONCLUSÕES

A metodologia apresentada mostra-se com um grande potencial para a determinação de metais em amostras de porcelanas. Embora haja o emprego de ácidos concentrados e necessite que a amostra esteja finamente moída, permite a utilização de condições mais brandas, possibilitando maior segurança e o uso de equipamentos de baixo custo.

O presente estudo deve ser ampliado para mais amostras, bem como para a determinação de outros elementos, sejam eles em concentrações macros (ppm) ou micros (ppb), uma vez que foi possível desenvolver uma metodologia com

considerável precisão e exatidão para avaliação de uma matriz extremamente complexa. Além disso, também deverá ser investigado se tais concentrações dos metais presentes nas porcelanas podem ser transferidas para os alimentos e assim pôr em risco a saúde do ser humano.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

KOLAR, D. Chemical research needed to improve high-temperature processing of advanced ceramic materials. **Pure and Applied Chemistry**, v. 72, n. 8, p. 1425-1448, 2000.

KRUG, F. J. **Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba-SP, 2010.

XIANG, G.; JIANG, Z.; HE, M.; HU, B. Direct determination of trace rare earth elements in ancient porcelain samples with slurry sampling electrothermal vaporization inductively coupled plasma mass spectrometry. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 60, p. 1342-1348, 2005.

PRIEGO-CAPOTE, F.; CASTRO, M. D. L. Ultrasound-assisted digestion: A useful alternative in sample preparation. **Journal of Biochemical and Biophysical Methods**, v. 70, p. 299-310, 2007.