

DETERMINAÇÃO DE Cu, Fe E Zn EM LOUÇAS CERÂMICAS POR F AAS

ISABEL CRISTINA P. CÂNDIA¹; ELIÉZER Q. ORESTE²; DAISA H. BONEMANN²;
ALEXANDER O. DE SOUZA²; CAMILA C. PEREIRA²; ANDERSON S. RIBEIRO³

¹Universidade Federal de Pelotas – ic-candia@bol.com.br

²Universidade Federal de Pelotas

³Universidade Federal de Pelotas – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

As louças cerâmicas são fabricadas em todos os países a partir de matéria prima local. Porém, muitas vezes não há um controle de qualidade com relação à presença de contaminantes inorgânicos, seja no produto final ou materiais utilizados na sua fabricação (KOLAR, 2000). No entanto, a utilização dessas louças para o preparo de alimentos pode apresentar riscos à saúde humana devido a possível presença de espécies metálicas, que normalmente estão contidas nos corantes ou em massas cerâmicas, podendo migrar para os alimentos.

Diante deste problema é necessário que se desenvolvam métodos para a quantificação desses metais em amostras de louças cerâmicas, a fim de garantir uma maior segurança alimentar. Para isso, as atenções são voltadas para a etapa de preparo das amostras, o qual deve ser compatível com a técnica instrumental de análise, além de apresentar uma maior probabilidade de erros, principalmente devido à natureza da amostra (KRUG, 2010). Como alternativa para esta etapa têm-se a decomposição ácida, a qual pode se dar através do uso de ondas ultrassônicas como uma fonte de energia para acelerar o processo. Essas ondas podem conduzir a processo para a extração, dissolução e decomposição, quando aplicadas a amostras sólidas em pó, dispersas num meio líquido apropriado (PRIEGO-CAPOTE e CASTRO, 2007).

Com base nisso, o presente trabalho tem como objetivo aplicar um método para a decomposição ácida assistida por ultrassom em diversas amostras de louças cerâmicas para a posterior determinação de Cu, Fe e Zn por espectrometria de absorção atômica em chama (F AAS).

2. METODOLOGIA

Para o presente estudo, foram selecionadas oito amostras de louças cerâmicas importadas adquiridas em comércio local. Estas foram lavadas e secas, para posteriormente serem fragmentadas, transformadas em pó com o auxílio de um moinho de bolas (fabricado em carbeto de tungstênio) e peneiradas em um sistema de agitação, obtendo uma granulometria inferior a 25 µm.

No processo de decomposição ácida, foram pesadas 17 mg de amostra com uma granulometria inferior a 25 µm e em seguida adicionada uma mistura ácida contendo 0,35 mL de HF e 0,35 mL de HNO₃. Posteriormente, estas soluções foram colocadas em um banho ultrassônico sob as seguintes condições: temperatura de 40 °C e tempo de sonicação de 2 horas. Após esse período, as soluções resultantes foram avolumadas a 14 mL com uma solução de H₃BO₃ 4,5 % (m/v), a fim de eliminar o HF, uma vez que o resíduo desse ácido pode danificar os instrumentos de medidas.

Após o preparo das amostras, as mesmas foram encaminhadas para análise utilizando a técnica de FAAS, para determinação de Cu, Fe e Zn.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A metodologia proposta foi aplicada às amostras de louças cerâmicas para a determinação de metais por FAAS. A Tabela 1 mostra os parâmetros de mérito obtidos para os analitos estudados.

Tabela 1 – Parâmetros de mérito.

Analito	Faixa Linear (mg L ⁻¹)	a (L mg ⁻¹)	R	LD (mg g ⁻¹)	LQ (mg g ⁻¹)
Cu	1 - 4	0,0796	0,999	0,148	0,493
Fe	1 - 6	0,0374	0,999	0,047	0,156
Zn	0,5 - 3	0,2923	0,997	0,014	0,047

a: sensibilidade; R: coeficiente de correlação linear; LD: limite de detecção; LQ: limite de quantificação.

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

Tabela 2 – Resultados em concentração de Cu, Fe e Zn encontrados para oito diferentes tipos de amostras de louças cerâmicas.

Amostra	Concentração $\bar{x} \pm \text{sd}$, mg g ⁻¹ (RSD, %)		
	Cu	Fe	Zn
A	0,082 \pm 0,003 (3,5)	1,464 \pm 0,006 (0,4)	0,577 \pm 0,005 (0,9)
B	0,076 \pm 0,007 (8,7)	1,134 \pm 0,071 (6,3)	1,516 \pm 0,026 (1,7)
C	0,098 \pm 0,003 (3,4)	4,882 \pm 0,040 (0,8)	0,058 \pm 0,001 (1,7)
D	0,137 \pm 0,012 (8,8)	1,264 \pm 0,081 (6,4)	0,560 \pm 0,010 (1,8)
E	0,126 \pm 0,002 (1,8)	4,001 \pm 0,144 (3,6)	0,126 \pm 0,002 (1,4)
F	0,159 \pm 0,007 (4,2)	1,838 \pm 0,165 (9,0)	2,436 \pm 0,071 (2,9)
G	0,172 \pm 0,006 (3,8)	3,739 \pm 0,038 (1,0)	0,093 \pm 0,008 (8,9)
H	0,194 \pm 0,006 (3,0)	3,633 \pm 0,016 (0,4)	0,079 \pm 0,008 (10,2)

\bar{x} : média; sd: desvio padrão; RSD: desvio padrão relativo.

De acordo com os valores apresentados na Tabela 2, percebe-se que foram obtidos resultados precisos, uma vez o RSD médio corresponde a 3,9 %. Com relação às amostras, houve uma variação nas concentrações, mostrando que dependendo da natureza da cerâmica há uma grande diferença na concentração dos metais presentes na mesma.

O presente trabalho trata-se de uma aplicação, pois a metodologia utilizada já foi validada em estudos anteriores.

4. CONCLUSÕES

A metodologia apresentada mostra-se com um grande potencial para a determinação de metais em amostras de louças cerâmicas. 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 investigar se as concentrações dos metais presentes nas louças podem ser

transmitidos para os alimentos e, consequentemente, colocar em risco a saúde humana.

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.

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.