

DETERMINAÇÃO DE METAIS TÓXICOS EM LOUÇAS CERÂMICAS POR MIP OES

DEBORAH C. CARDOSO¹; ELIÉZER Q. ORESTE², ALEXANDER O. SOUZA²,
CAMILA C. PEREIRA², DAISA H. BONEMANN², ANDERSON S. RIBEIRO³

¹ Universidade Federal de Pelotas – e-mail: deborahcarvalho@outlook.com.br

² Universidade Federal de Pelotas

³ Universidade Federal de Pelotas – e-mail: andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

As cerâmicas possuem uma ampla aplicação em diversos setores industriais, principalmente na fabricação de louças de mesa, as quais estão presentes no dia a dia da população. Essas louças são fabricadas em vários países, mas devido à grande diversidade de fontes de matérias primas no mundo, essas peças cerâmicas se tornam quimicamente diferentes (RUIZ et al., 2005).

Para o processo de decoração das louças cerâmicas, são utilizadas tintas que podem conter metais tóxicos, como por exemplo, Cr, Cd, Pb, Ni, entre outros. Sendo assim, o uso destes utensílios pode acarretar em vários riscos à saúde humana, visto que esses metais podem migrar da louça para o alimento, através de um processo de lixiviação (CAMARGO et al., 2005). A ingestão de elementos tóxicos pode originar casos de contaminação aguda, além de acumular-se no organismo, ocasionando diversas patologias.

Para a determinação elementar, a técnica de espectrometria de emissão atômica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) torna-se uma técnica atrativa, pois é multi elementar e apresenta baixo custo de operação quando comparada com a técnica de espectrometria de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Como vantagem, essa técnica utiliza plasma de nitrogênio, sendo um gás não inflamável e obtido a partir do ar atmosférico comprimido (TEODORO, 2015).

A etapa de preparo de amostra é essencial, já que converte a amostra em uma forma adequada para inserção no instrumento de análise. Sendo assim, a decomposição ácida caracteriza-se como um método muito empregado, visto que a maioria dos equipamentos exige que a amostra esteja na forma de solução. Para amostras que contêm silicato (como por exemplo, as cerâmicas) é necessário a adição de ácido fluorídrico (HF), para haver uma solubilização do silício, visto que os demais ácidos inorgânicos frequentemente empregados (HNO₃ ou HCl) não são eficientes para essa etapa (KRUG, 2010). Como fonte de energia para a decomposição ácida, o banho ultrassônico caracteriza-se como uma alternativa viável, devido processo de cavitação, já que é gerado temperaturas elevadas, devido a implosão de micro bolhas, auxiliando na decomposição das amostras (KRUG, 2010).

Considerando a importância de haver um controle da concentração de metais tóxicos, o presente trabalho tem por objetivo a determinação de Cd, Cr, Ni e Pb em louças cerâmicas por MIP OES, após a decomposição ácida assistida por ultrassom.

2. METODOLOGIA

No presente estudo, foi desenvolvido um método de decomposição ácida assistida por ultrassom para o preparo de 10 amostras de louças cerâmicas (5 amostras de fabricação nacionais e 5 importadas). Sendo assim, foram pesados aproximadamente 25,0 mg de amostra com granulometria inferior a 25 μm e foram adicionados 1,0 mL de uma mistura ácida, composta por HNO_3 e HF (1:1). Em seguida as soluções foram encaminhadas a um banho ultrassônico por 2 h a 40 °C. Ao final, as soluções resultantes foram avolumadas a 20,0 mL com água desionizada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros de mérito obtidos para a determinação dos analitos investigados por MIP OES estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros de mérito para a determinação de Cd, Cr, Ni e Pb por MIP OES.

Analito	Faixa Linear (mg L^{-1})	<i>a</i> (L mg^{-1})	R^2	LOD ($\mu\text{g g}^{-1}$)	LOQ ($\mu\text{g g}^{-1}$)
Cd	0,5 – 5,0	32.196	0,999	1,3	4,5
Cr	0,5 – 5,0	55.958	0,999	0,2	0,5
Ni	0,5 – 5,0	30.317	0,999	0,8	2,8
Pb	0,5 – 5,0	5.158	0,998	4	13

Conforme os parâmetros apresentados na Tabela 1, foram obtidos ótimos coeficientes de correlação linear ao quadrado (R^2) e de sensibilidade (*a*). Além disso, baixos limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ) foram alcançados, ficando na ordem de ppb.

Os resultados de concentração para os analitos investigados nas amostras de louças cerâmicas estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Concentrações obtidas de Cd, Cr, Ni e Pb em amostras de louças cerâmicas por MIP OES.

Amostra	Concentração, mg g^{-1}			
	Cd	Cr	Ni	Pb
IMP A	< LOD	$0,163 \pm 0,004$ (2,4)	$0,024 \pm 0,0003$ (1,2)	$0,063 \pm 0,005$ (7,9)
IMP B	< LOD	$0,032 \pm 0,001$ (3,1)	$0,008 \pm 0,0001$ (1,2)	$3,64 \pm 0,17$ (4,7)
IMP C	$0,063 \pm 0,001$ (1,6)	$0,047 \pm 0,001$ (2,1)	$0,039 \pm 0,001$ (2,6)	$0,861 \pm 0,082$ (9,5)
IMP D	< LOD	$0,116 \pm 0,005$ (4,3)	< LOD	$0,096 \pm 0,005$ (5,2)
IMP E	< LOD	$0,075 \pm 0,004$ (5,3)	$0,024 \pm 0,0003$ (1,2)	$0,185 \pm 0,009$ (4,9)
NAC A	< LOD	< LOD	< LOD	$0,044 \pm 0,001$ (2,3)
NAC B	$0,016 \pm 0,0001$ (0,6)	$0,063 \pm 0,001$ (1,6)	$3,25 \pm 0,04$ (1,2)	$0,570 \pm 0,029$ (5,1)
NAC C	< LOD	$0,015 \pm 0,0004$ (2,7)	$0,653 \pm 0,033$ (5,1)	$1,53 \pm 0,03$ (2,0)
NAC D	< LOD	$0,016 \pm 0,0002$ (1,2)	$0,415 \pm 0,034$ (8,2)	$0,071 \pm 0,005$ (7,0)
NAC E	$0,073 \pm 0,003$ (4,1)	$0,016 \pm 0,001$ (6,2)	$1,48 \pm 0,04$ (2,7)	$4,21 \pm 0,10$ (2,4)

IMP = Amostras de origem importada; NAC = Amostras de origem nacional.

Média \pm desvio-padrão (desvio-padrão relativo, %).

Conforme a Tabela 2 é possível perceber que a maioria das amostras apresentou concentração de Cd abaixo do LOD. Já para Pb, todas as amostras apresentaram concentrações para esse analito, com destaque para as amostras IMP B e NAC C, que apresentaram um valor elevado em relação as demais.

Possivelmente, nessas amostras foram utilizadas tintas com alto teor de Pb, o que aumenta o risco de contaminação humana por esse metal a partir da migração para os alimentos. Para os demais analitos, a maioria das amostras apresentou concentração superior ao LOD, com destaque na determinação de Ni para as amostras NAC B, que apresentou um valor elevado frente às demais amostras.

4. CONCLUSÕES

Através do estudo realizado, foi possível perceber a presença de metais tóxicos em louças cerâmicas, os quais possivelmente são oriundos da tinta utilizada para decoração. Concentrações elevadas desses metais são indesejáveis uma vez que os mesmos podem ser transmitidos para os alimentos e consequentemente levar a contaminação humana. Entretanto, estudos de lixiviação ainda precisam ser realizados para afirmar se as peças cerâmicas estudadas apresentam estes riscos de transferir esses elementos para os alimentos e assim colocar em risco a saúde de quem a utilize.

O método desenvolvido para a decomposição ácida em banho ultrassônico, mostrou-se ser simples, rápido e seguro. Através deste método proposto, foi possível realizar a determinação de Cd, Cr, Ni e Pb por MIP OES, mostrando-se promissor para a determinação de outros elementos nesse tipo de amostra.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAMARGO, A. C; PORTELLA, J. C. S; YOSHIMURA, H. N. Adição de metais tóxicos a massas cerâmicas e avaliação de sua estabilidade frente agente lixiviante (parte 1; avaliação das características físicas). **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 10, n. 2, p. 39-46, 2005.

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

RUIZ, M. S.; TANNO, L. C.; CABRAL JR., M.; COELHO, J. M.; NIEDZIELSKI, J. C. A Indústria de Louça e Porcelana de Mesa no Brasil. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 16, n. 2, p. 29-35, 2005.

TEODORO, M. S. **Extração Multielementar para amostras de solos utilizando resina de troca iônica**. 2014. 78 f. Dissertação (Mestrado em Agricultura Tropical e Subtropical) - Curso de Pós Graduação em Agricultura Tropical e Subtropical, Universidade Estadual de Campinas.