

## Avaliação de Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Zr-Ir e W+ Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> na determinação direta de Pb em leite por GFAAS empregando Bi como padrão interno

Fabiane Raquel O. Dos Santos (IC)<sup>\*</sup>, Gian Paulo G. Freschi (PG), José Anchieta Gomes Neto(PQ)  
 Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, CP 355, 14801-970 Araraquara-SP, Brazil  
 anchieta@iq.unesp.br

Palavras Chave: *Padrão interno, leite, GFAAS.*

### Introdução

Por apresentar-se heterogêneo e possuir matriz bem complexa (proteínas, carboidratos, gorduras mono e polisaturadas, Na, K, Ca, Mg, Fe, P, Mn, Zn, Cu, Se), leite bovino pode prejudicar o desempenho da técnica espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica em forno de grafite (GFAAS)<sup>1</sup>. Como a padronização interna permite que erros resultantes de alterações nas variáveis instrumentais e/ou operacionais sejam corrigidos<sup>2</sup>, o principal objetivo deste projeto é um estudo sistemático de diferentes modificadores químicos [Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Ir-Zr, ou W+Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] e curvas de correlação com vistas ao emprego de bismuto como padrão interno na amostragem de suspensões e determinação direta de chumbo em leite por GFAAS.

### Resultados e Discussão

O comportamento térmico de Pb e Bi em diferentes modificadores foi estudado por meio de curvas de pirólise e de atomização e as principais características estão resumidas na Tabela 1.

**Tabela 1.** Temperaturas de pirólise (Tp, °C), de atomização (Ta, °C), massas características (m<sub>0</sub>, pg) e coeficiente de variação (rsd, %) para Bi e Pb nos 3 modificadores.

	Bi				Pb			
	Tp	Ta	rsd	m <sub>0</sub>	Tp	Ta	rsd	m <sub>0</sub>
<b>Pd+Mg</b>	1500	1900	6,2	53	1400	1900	2,5	41
<b>Zr-Ir</b>	1200	1500	1,7	52	1100	1600	2,9	39
<b>W+Pd</b>	1200	1600	1,6	55	1200	1800	2,9	40

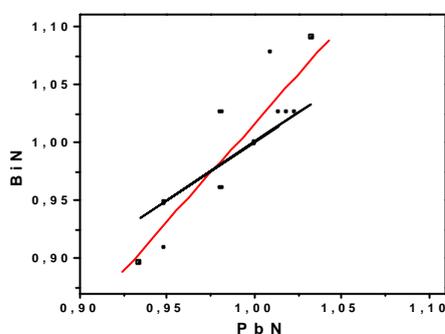
De uma maneira geral, observa-se que Pb e Bi apresentam comportamentos eletrotérmicos semelhantes para cada modificador, os quais poderiam em tese ser empregados na determinação de Pb em leite e Bi como padrão interno.

Com o objetivo de avaliar a correlação existente entre as absorbâncias de Pb e de Bi, foram construídos gráficos de correlação<sup>3</sup> entre as absorbâncias normalizadas do Pb vs as de Bi. Os coeficientes de correlação lineares das curvas de correlação empregando Pd+Mg, Zr-Ir e W+Pd foram respectivamente 0,7456, 0,8098, 0,9034. Distantes da

situação ideal, os valores calculados para os coeficientes de correlação permitiram observar que o desempenho de um padrão interno pode ser afetado em função do modificador químico e da matriz selecionados.

### Conclusões

As curvas de correlações obtidas indicaram correlação insatisfatória entre as absorbâncias de Pb e Bi quando utilizada a mistura Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>+Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ou Zr-Ir como modificadores químicos. Isso sugere pouca semelhança entre o analito e o padrão interno, e consequentemente pouco potencial de aplicação de Bi como padrão interno para Pb em leite nesses modificadores. Já para o modificador químico W+Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> uma considerável correlação foi observada (Figura 1), sugerindo grandes chances de sucesso na aplicação desse modificador para o problema analítico em questão.



**Figura 1.** Gráfico de correlação para Pb/Bi em leite desnatado em meio 1,0% (v/v) HNO<sub>3</sub> contendo 20 µg L<sup>-1</sup> Pb e Bi utilizando W+Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> como modificador.

Devido à necessidade de uma situação de compromisso que satisfaça o analito e o padrão interno, não podemos descartar a hipótese do estudo de Bi como possível padrão interno para Pb empregando outros modificadores químicos.

### Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP, CAPES e CNPq pelas bolsas de F.R.O.S., G.P.G.F. e J.A.G.N., respectivamente.

<sup>1</sup>A.P. Oliveira, J.A.G. Neto, J.A. Nóbrega, P.V. Oliveira, **Food Chem.**, prelo.

<sup>2</sup>F. FELDMAN, **Anal. Chem.**, 42, 1970, 719.

<sup>3</sup>P.R.M. Correia, P.V. Oliveira, J.A.G. Neto, J.A. Nóbrega, **J. Anal. At. Spectrom.** 19, 2004, 917.

1. A.P. Oliveira, J.A.G. Neto, J.A. Nóbrega, P.V. Oliveira, **Food Chem.**, prelo.
2. F. FELDMAN, **Anal. Chem.**, 42, 1970, 719.
3. P.R.M. Correia, P.V. Oliveira, J.A.G. Neto, J.A. Nóbrega, **J. Anal. At. Spectrom.** 19, 2004, 917.