

DETERMINAÇÃO DE CLORETOS EM MATERIAL POLIMÉRICO (POLIESTIRENO EXPANDIDO-EPS) POR CROMATOGRAFIA DE ÍONS APÓS COMBUSTÃO INICIADA POR MICRO-ONDAS

NATANAEL RODRIGO XAVIER PIRES¹; LIZÂNGELA ROSA FERREIRA²; VANIZE CALDEIRA DA COSTA²; LUCAS SCHMIDT³; EDSON IRINEU MÜLLER³; MÁRCIA FOSTER MESKO²

¹*Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas*

²*Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas,*

³*Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria*

natanael.pires@yahoo.com.br

márcia.mesko@pq.cnpq.br

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, tem sido crescente a aplicação de polímeros em diversos materiais. Sua ampla utilização encontra-se associada aos benefícios que proporcionam devido às suas propriedades físicas e químicas.

Dentre as áreas de aplicação dos materiais poliméricos que se encontram em constante crescimento, pode-se destacar o setor de produção de embalagens, onde as embalagens constituídas por polímeros, geralmente, apresentam vantagens como proteção, baixo peso, versatilidade, entre outras. Para assegurar essas características, são incorporados a esses materiais diferentes tipos de aditivos na matriz polimérica, como antioxidantes, estabilizantes, lubrificantes, agentes anti-estáticos e anti-bloqueio (FREIRE et al., 2008).

Diante da imensa utilização de materiais poliméricos em embalagens pela sociedade moderna, torna-se relevante o controle de elementos químicos e contaminantes que possam existir nestes materiais, uma vez que, muitos desses materiais são empregados no armazenamento de alimentos.

A presença de elementos químicos nas embalagens de alimentos pode, por vezes, através de processos conhecidos como migração, ocorrendo a transferência para os produtos alimentícios (SOARES, 2008), oferecendo, conseqüentemente, riscos a saúde humana.

Dentre as substâncias que merecem atenção, e devem ser controladas nesses materiais, destaca-se os halogênios, pois estes elementos encontram-se em muitos dos aditivos empregados na matriz polimérica, que em determinadas concentrações, podem ocasionar adversidades a saúde. O cloro é um halogênio que deve ser avaliado e controlado, por ser um elemento, abundante no fluído extracelular na forma do íon cloreto (Cl⁻), onde além de desempenhar um papel fundamental na manutenção e distribuição adequada da água, mantém a pressão osmótica e equilíbrio eletrolítico no corpo humano. Alterações no teor de cloretos podem provocar adversidades à saúde humana (BULDINI et al., 1997).

Dessa forma, torna-se fundamental a determinação eficaz de cloretos em materiais poliméricos, devido ao imenso emprego destes materiais em embalagens que são utilizadas para acondicionar alimentos a curto e a longo prazo. Segundo MORAES et al. (2010) os procedimentos analíticos baseados em técnicas espectrométricas e cromatográficas tem sido utilizados na determinação desse elemento. A cromatografia de íons (IC), por exemplo, possibilita uma determinação rápida e eficiente do analito, visto ser uma técnica bastante sensível a baixas concentrações. No entanto, para utilização destas técnicas na determinação de

halogênios, é necessário que os analitos estejam em solução, o que exige uma etapa de preparo das amostras para posterior análise.

O preparo de amostra pode ser considerado a etapa mais crítica em uma análise química quantitativa, tendo em vista que, geralmente, se trata da etapa mais demorada, de maior custo, e mais sujeita a erros, os quais frequentemente limitam a exatidão que pode ser alcançada na análise (KRUG; NÓBREGA, 2010).

Sob estes aspectos, é de fundamental importância que se utilizem procedimentos de preparo de amostras que associem simplicidade, baixo custo, e rapidez, sem que ocorram perdas de exatidão nas determinações dos analitos de interesse, especialmente no caso de halogênios, devido à possibilidade da formação de compostos voláteis. Com isso, a combustão iniciada por micro-ondas (MIC) apresenta as características necessárias para a obtenção de soluções compatíveis com diferentes métodos de determinação, como também a possibilidade da subsequente determinação de não-metals, além dos baixos valores encontrados para os brancos analíticos (FLORES et al., 2004).

Neste contexto, este trabalho tem por objetivo determinar a concentração de cloretos em amostra de poliestireno expandido (EPS), mais conhecido como "Isopor[®]", uma vez que é um material empregado em embalagens de alimentos. Para tanto, será utilizado o procedimento de decomposição por combustão iniciada por micro-ondas no preparo de amostra e posterior quantificação por cromatografia de íons.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Com o intuito de determinar a concentração de cloro através da IC em amostra de EPS, utilizada como recipiente para bebidas quentes, primeiramente foi necessário o preparo da amostra.

As amostras (copos térmicos de EPS) foram adquiridas no comércio local da cidade de Pelotas. Com o auxílio de um moinho analítico (Quimis - Q298A), a amostra foi moída, em seguida, a mesma foi preparada na forma de comprimidos de 300 mg e submetida à MIC.

A decomposição da amostra foi realizada em um forno de micro-ondas Multiwave 3000[®] (Anton Paar, Áustria), equipado com oito frascos de quartzo (80 ml, 80 bar e 280 °C), utilizando 50 µl da solução de nitrato de amônio (NH₄NO₃), com concentração de 6,0 mol l⁻¹, como iniciador de combustão; e 6,0 ml de hidróxido de amônio (NH₄OH), com concentração de 50 mmol l⁻¹, como solução absorvedora. O frasco de decomposição foi pressurizado com 20 bar de oxigênio, e o programa empregado foi de 5 minutos de irradiação a 1400 W, e 20 minutos de resfriamento.

O material de referência certificado (CRM) ERM-EC680k de polietileno de baixa densidade (LDPE) foi submetido às mesmas condições da amostra, a fim de avaliar a exatidão do método de preparo de amostra.

Após o preparo das amostras, e obtenção das soluções resultantes, o analito em estudo foi determinado em um cromatógrafo de íons (Professional IC 850, Metrohm, Suíça).

Todos os procedimentos foram realizados em triplicata, como também foi realizada a prova em branco.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos para cloretos na amostra de EPS e no CRM determinados por IC estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1- Resultados para cloretos por IC após decomposição por MIC em amostra de EPS, n = 3.

Amostra	Concentração Cl ($\mu\text{g g}^{-1}$)
EPS	$16,2 \pm 0,3$
ERM-EC680k*	$101,6 \pm 8,8$

*Valor certificado para Cl no ERM-EC680k = $102,2 \pm 3,0$

A concordância entre o valor determinado para Cl no CRM analisado e o valor certificado foi acima de 99%. Essa concordância demonstra que a decomposição por MIC empregando a solução de NH_4OH 50 mmol.l^{-1} foi adequada para o preparo da amostra de EPS para a subsequente determinação de Cl por IC. Ainda cabe destacar, que a amostra de EPS apresentou um baixo RSD (inferior a 2 %). Dentro deste contexto, percebe-se que a MIC proporciona uma eficiente decomposição da amostra sem a perda do analito, que é extremamente volátil.

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados pode-se concluir que a combustão iniciada por micro-ondas foi apropriada para a decomposição da amostra de polímero de maneira rápida e eficiente, proporcionando a utilização de NH_4OH como solução absorvedora, resultando em uma solução final límpida e sem material particulado, adequada à técnica de determinação. Também cabe destacar, que a técnica de IC admite que seja realizada a determinação de Cl em baixas concentrações nas amostras analisadas, devido ao seu baixo limite de detecção e alta eficiência de separação do ânion cloreto.

Diante destes aspectos, a aplicação da decomposição da amostra de polímeros por MIC e subsequente determinação por IC, apresenta grandes vantagens para a análise de rotina, devido à rapidez de preparo e análise, simplicidade e segurança. Assim, o método utilizado possibilitou a determinação de cloretos, em EPS, mesmo em baixas concentrações. Além disso, este possibilita uma menor produção de resíduos, quando comparado a outros métodos comumente utilizado para o mesmo propósito, conforme preconizado pela “química verde”

5. AGRADECIMENTOS

FAPERGS, CNPq, CAPES, LAQIA – Laboratório de Análises Químicas Industriais e Ambientais (UFSM) e UFPel.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BULDINI, P.L.; CAVALLI, S.; TRIFIRÒ, A. State-of-the-art ion chromatographic determination of inorganic ions in food. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v.789, p.529-548, 1997.

FLORES, E.M.M.; BARIN, J.S.; PANIZ, J.N.G.; MEDEIROS, J.A.; KNAPP, G. Microwave-assisted sample combustion: a technique for sample preparation in trace element determination. **Analytical Chemistry**, Washigton, v.76, p.3526-3529, 2004.

FREIRE, M.T.A.; BOTTOLI, C.B.G.; FABRIS, S.; REYS, F.G.R. Contaminantes voláteis provenientes de embalagens plásticas: desenvolvimento e validação de métodos analíticos. **Química Nova**, São Paulo, v.31, n.6, p.1522-1532, 2008.

KRUG, F.J.; NÓBREGA, J.A. A Sequência Analítica. In: KRUG, F.J. **Métodos de preparo de amostras; fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba: 1ª Ed. rev., CENA/USP, 2010. Cap. 1, p.1-12.

MORAES, D.P.; PEREIRA, J.S.F.; DIEHL, L.O.; MESKO, M.F.; DRESSLER, V.L.; PAINZ, J.N.G.; KNAPP, G.; FLORES, E.M.M. Evaluation of sample preparation methods for elastomer digestion for further halogens determination. **Analytical Bioanalytical Chemistry**, Heidelberg, v.397, p.363-370. 2010.

SOARES, EP. **Estudo do método radiométrico para avaliação da migração de elementos de embalagens plásticas para o seu conteúdo**. 2008. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Aplicações) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.