



APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS

APPLICATION OF AMBERLITE XAD-2 RESIN FUNCTIONALIZED WITH CHROMOTROPIC ACID IN PRECONCENTRATION SYSTEM AND QUANTIFICATION OF COPPER AND ZINC IONS IN INDUSTRIALIZED JUICES

APLICACIÓN DE RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA CON ÁCIDO CROMOTRÓPICO EN SISTEMA DE PRECONCENTRACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE IONES DE COBRE Y ZINC EN ZUMOS INDUSTRIALIZADOS

Ednilton Moreira Gama¹, Roberta Pereira Matos², Breno Silva e Castro Moraes³

e371675

<https://doi.org/10.47820/recima21.v3i7.1675>

PUBLICADO: 07/2022

RESUMO

O presente trabalho propõe uma aplicação da resina Amberlite XAD-2 funcionalizada com ácido cromotrópico em sistemas de pré-concentração para determinação de cobre e zinco em amostras de sucos industrializados, utilizando um espectrômetro de absorção atômica em chama como técnica de detecção. Foram investigadas condições hidrodinâmicas e químicas ideais para sorção de íons cobre. Os efeitos de várias substâncias estranhas na adsorção de cobre também foram relatados. O fator de enriquecimento obtido foi de 50 (Cu^{2+}) e 40 (Zn^{2+}) para um tempo de pré-concentração de 180 s. Os procedimentos propostos permitiram a quantificação desses íons com limites de detecção (3σ) de 0,80 e 3,75 gL^{-1} para cobre e zinco, respectivamente. A precisão dos procedimentos também foi calculada: 3,1 ($\text{Cu } 100 \mu\text{gL}^{-1}$) e 4,4 ($\text{Zn } 100 \mu\text{gL}^{-1}$). A exatidão do procedimento foi verificada pela análise dos materiais de referência certificados Folhas de Espinafre e Folhas de maçã 3,8% e 4,8%, Cu^{2+} e Zn^{2+} , respectivamente. O sistema proposto foi aplicado na determinação de cobre em amostras de sucos industrializados (laranja, acerola, abacaxi, maracujá, uva e caju). Os valores encontrados estão de acordo com a legislação brasileira.

PALAVRAS-CHAVE: Pré-concentração. Alimentos. XAD-2.

ABSTRACT

In this work, it is proposed the production of a new material, constituted by the Amberlite XAD-2 resin functionalized with chromotropic acid and its application in the pre-concentration and quantification of copper and zinc in samples of industrialized juices, by flame atomic absorption spectrometry, as a detection technique. Ideal hydrodynamic and chemical conditions for sorption of copper ions were investigated. The effects of various foreign substances on copper adsorption have also been reported. The enrichment factor obtained was 52 for a pre-concentration time of 180 s. The proposed procedures allowed the determination of metals with detection limits (3σ) of 0.80 and 3.75 μgL^{-1} for copper and zinc, respectively. The accuracy of the procedures was also calculated: 3.1 ($\text{Cu } 100 \mu\text{gL}^{-1}$) and 4.4 ($\text{Zn } 100 \mu\text{gL}^{-1}$). The accuracy of the procedure was verified by analyzing the certified reference materials Spinach Leaves and Apple Leaf 3.8% and 4.8%, Cu and Zn, respectively. The proposed system was applied to the determination of copper in samples of industrialized juices

¹ Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Norte de Minas Gerais - IFNMG - Campus Almenara - MG

² Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Norte de Minas Gerais - IFNMG - Campus Almenara - MG

³ Graduando em Engenharia Agrônoma - Instituto Federal do Norte de Minas Gerais - IFNMG - Campus Almenara - MG



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

(orange, acerola, pineapple, passion fruit, grape and cashew). The values found are in accordance with Brazilian legislation.

KEYWORDS: Pre-Concentration. Food. XAD-2.

RESUMEN

El presente trabajo propone una aplicación de resina Amberlite XAD-2 funcionalizada con ácido cromotrópico en sistemas de preconcentración para la determinación de cobre y zinc en muestras de zumos industrializados, utilizando como técnica de detección un espectrómetro de absorción atómica de llama. Se investigaron las condiciones hidrodinámicas y químicas ideales para la sorción de iones de cobre. También se han reportado los efectos de varias sustancias extrañas en la adsorción de cobre. El factor de enriquecimiento obtenido fue de 50 (Cu^{2+}) y 40 (Zn^{2+}) para un tiempo de preconcentración de 180 s. Los procedimientos propuestos permitieron la cuantificación de estos iones con límites de detección (3σ) de 0,80 y 3,75 gL^{-1} para cobre y zinc, respectivamente. También se calculó la precisión de los procedimientos: 3,1 (Cu 100 -gL^{-1}) y 4,4 (Zn 100 -gL^{-1}). La precisión del procedimiento se verificó mediante el análisis de los materiales de referencia certificados Hojas de espinaca y Hojas de manzana 3.8% y 4.8%, Cu^{2+} y Zn^{2+} , respectivamente. El sistema propuesto se aplicó en la determinación de cobre en muestras de jugos industrializados (naranja, acerola, piña, maracuyá, uva y anacardo). Los valores encontrados están de acuerdo con la legislación brasileña.

PALABRAS CLAVE: Pre-concentración. Víveres. XAD-2.

INTRODUÇÃO

As frutas, bem como seus respectivos sucos, são ótimas fontes de vitaminas e sais minerais, flavonóides, compostos fenólicos e outros compostos bioativos importantes para a saúde humana.

No Brasil, é possível encontrar na lista de Limites Máximos de Tolerância (LMT) para contaminantes em suco de fruta, uma gama de elementos, dentre os quais pode-se citar o cobre (Cu): 30,0 e zinco (Zn): 25,0 mg L^{-1} , (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 1998). Além desses elementos-traço também são encontrados nos sucos de frutas outros minerais importantes à saúde do ser humano, por isso essas bebidas são consideradas como uma boa opção de fonte de minerais e vitaminas (CAMPOS *et al.*, 2010; ROCHA *et al.*, 2016).

Os elementos: cobre e zinco são essenciais para a vida vegetal, animal e, principalmente, do ser humano. A quantificação desses elementos ao nível de traços, na faixa de partes por milhão (ppm) ou partes por bilhão (ppb) utilizando Espectrometria de Absorção Atômica com chama (FAAS) em amostras reais exige etapas de separação e/ou pré-concentração, em decorrência da baixa sensibilidade da técnica ou interferências de outros constituintes que possam estar presentes na matriz em estudo. Além disso, o grau de complexidade das matrizes analisadas exige a adoção dessas etapas no processo analítico, que resultam em um aumento da concentração da espécie de interesse e eliminam interferências contidas na amostra, permitindo a realização de determinações analíticas mais eficientes. Na literatura é possível encontrar diversos métodos para separação e/ou pré-concentração de metais-traço, tais como a precipitação, a extração líquido-líquido, o uso de



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

membranas, de resinas de troca iônica e de resinas quelantes (TEIXEIRA *et al.*, 2004; LEMOS, *et al.*, 2006).

O uso de resinas quelantes é de grande utilidade tanto do ponto de vista de eliminar interferentes como em pré-concentrar íons metálicos. A resina para esta finalidade apresenta um esqueleto polimérico que deve conter grupos complexantes seletivos para os metais em estudo, com o intuito de separá-los de seus interferentes. Além disso, também deve ter elevada capacidade de complexação e alta velocidade de troca para compensar a inserção de mais uma etapa no processo analítico (TEIXEIRA *et al.*, 2004).

O desenvolvimento de novos grupos complexantes para utilização em sistemas de separação e/ou pré-concentração em fase sólida (LEMOS *et al.*, 2006) tem recebido atenção especial devido às vantagens no uso destas substâncias, como alto grau de seletividade por meio de controle de pH, versatilidade, alta capacidade de sorção, entre outras. O copolímero poliestireno-divinilbenzeno, comercialmente disponível como a série Amberlite XAD (TEIXEIRA *et al.*, 2004; LEMOS, *et al.*, 2006) tem sido modificada com alguns ligantes.

O procedimento baseado na separação por fase sólida (SARAN, 1992) apresenta vários benefícios, tais como, fácil recuperação da fase sólida e obtenção de elevados fatores de enriquecimento. Também pode-se citar o fato desse processo evitar ou atenuar o uso de solventes tóxicos, cuja eliminação é, às vezes, problemática. Amberlite XAD-2 (poliestireno-divinil-benzeno) é um suporte amplamente usado para produzir resinas quelantes usadas em sistemas de pré-concentração, devido às suas propriedades físicas e químicas, tais como, porosidade, alta área superficial, durabilidade e pureza (CAMPOS *et al.*, 2010; REIS *et al.*, 2016). Neste trabalho, é proposto um sistema de pré-concentração em batelada usando uma minicoluna recheada com Amberlite XAD-2 funcionalizada com ácido cromotrópico (XAD-AC), para a determinação de íons Cu^{+2} e Zn^{+2} em amostras de sucos de frutas industrializados.

EXPERIMENTAL

Para a realização das análises foi sugerida a construção de um sistema de pré-concentração em batelada utilizando uma pequena coluna preenchida com Amberlite XAD-2 que sofreu imobilização do grupo complexante no esqueleto polimérico com ácido cromotrópico (XAD-CA), para a determinação de íons Cu^{+2} e Zn^{+2} em amostras de sucos industrializados. Foi realizada a síntese e a caracterização do material sintetizado, bem como a otimização do sistema em batelada.

A etapa de sintetização do material foi iniciada com a reação do polímero comercial com uma solução de octanol, cloreto de metileno e cloreto de alumínio, sob refluxo, num tempo de 24h e temperatura de 90°C. Então, efetuou-se a lavagem do sólido utilizando solução de ácido clorídrico 1:1 (v/v) em acetona. Em seguida, foi realizado o acoplamento do polímero clorometilado em meio de dioxano, sob refluxo durante 72 horas. A resina foi usada como recheio de uma minicoluna em um sistema de pré-concentração em batelada (**Figura 1**) de metais que consiste em uma bomba



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

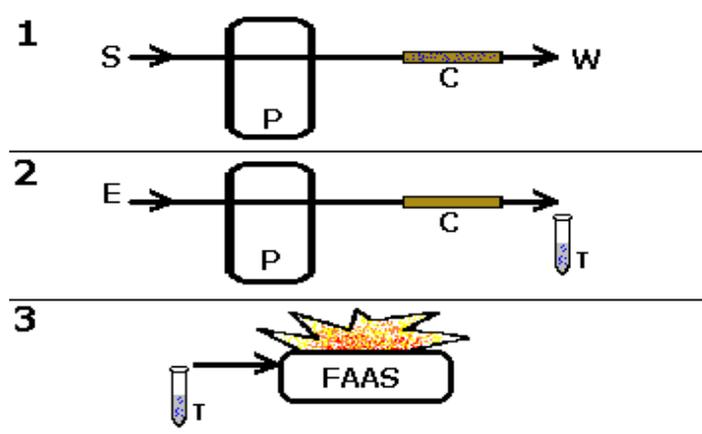
APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

peristáltica e seus tubos tygon, a minicoluna e tubos capilares (Figura 2). A quantificação dos íons metálicos foi realizada por FAAS, após estudar as variáveis químicas e hidrodinâmicas, tais como pH, volume da solução, concentração do eluente e vazão da amostra. Depois da sorção dos íons cobre e zinco na pequena coluna, passou-se a etapa de eluição que é a passagem de uma quantidade de eluente ácido para promover a desorção desses íons que são recolhidos em um tubo de polietileno do tipo Ependorf para posterior determinação por FAAS. Para a etapa de eluição foram testadas as soluções de ácido nítrico (HNO_3) e ácido clorídrico (HCl) nas concentrações que variaram de 0,05 a 1,5 mol L^{-1} , tendo o HCl 1,0 mol L^{-1} apresentado melhores resultados analíticos.

As amostras de néctares foram coletadas aleatoriamente no mercado local, na cidade de Vitória da Conquista - BA, sendo analisado um total de 12 amostras de diferentes sabores (laranja, acerola, uva, manga, abacaxi, caju) e também de marcas diferenciadas.

Os sucos analisados são néctares de laranja, acerola, abacaxi, maracujá, uva e caju industrializados envasados em embalagens cartonadas da Tetra Pak®, de quatro marcas brasileiras importantes. Os metais foram extraídos dos sucos utilizando uma alíquota de 1 mL das amostras, misturando com 1mL de água deionizada e mais 1 mL de ácido nítrico PA em bomba de digestão de micro-ondas. Posteriormente o sistema foi colocado em um micro-ondas doméstico por 3 minutos. Transferiu-se o digerido para um balão volumétrico de 50 mL contendo 10 mL de solução tampão borato de sódio pH 8,5, aferindo-o com água deionizada. Todas as amostras foram preparadas em triplicata e submetidas ao sistema de pré-concentração em batelada com posterior detecção por FAAS.

Figura 1. Sistema de pré-concentração montado para realização das análises de Cu^{2+} e Zn^{2+} em amostras de sucos de frutas industrializados.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

A sorção na minicoluna baseia-se na formação de quelatos entre CA-XAD-4 e os cátions Cu^{2+} e Zn^{2+} . Portanto, o pH da solução metálica é um parâmetro importante a ser estudado nesse



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

sistema porque a formação das espécies complexas é fortemente dependente da concentração de íons hidrônio (ou hidróxido) no meio reacional (LEMOS *et al.*, 2006). O pH das soluções de cobre ($100 \mu\text{gL}^{-1}$) e zinco ($100 \mu\text{gL}^{-1}$) foram ajustados com acetato, borato e tampões amoniacais em faixas de pH que variaram de 4,76 a 9,0. Os sinais analíticos atingiram um máximo com solução tampão borato de sódio pH de 8,5 (Cu^{2+} e Zn^{2+}), de acordo com os resultados apresentados na Figura 2. Esses resultados estão em boa concordância com a faixa de pH favorável para o complexos Pb(II)/Me-BTANC (LEMOS *et al.*, 2005) e Co(II)/CA-PUF (LEMOS *et al.*, 2006).

De acordo com o gráfico abaixo (**Figura 2**), o estudo da influência do pH da solução de metal na pré-concentração indicou que a sorção é máxima em solução-tampão borato de sódio pH 8,5, para todos os metais analisados (Cu^{2+} e Zn^{2+}). A desorção é completa, utilizando-se concentrações de ácido clorídrico de $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ para os metais estudados.

Figura 2. Influência do pH na pré-concentração e determinação de metais utilizando a resina funcionalizada.

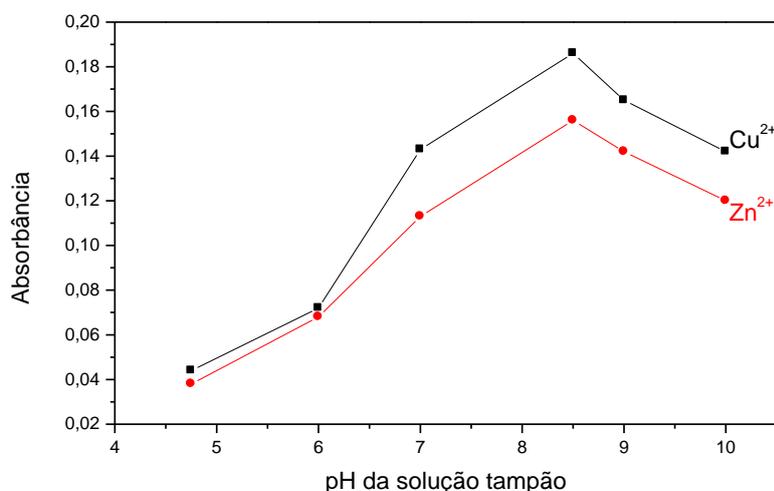


Figura 2: Influência do pH na pré-concentração e determinação de metais utilizando a resina funcionalizada.

O estudo da influência da vazão de amostra na pré-concentração do Cu^{2+} e Zn^{2+} indicou que, quando utilizada vazão de $5,4 \text{ mL min}^{-1}$, o sinal analítico é máximo. Porém, quando se utilizavam vazões maiores que esse valor, percebia-se uma atenuação do sinal analítico. Essa observação está concordante com a afirmação de Lemos *et al.* (2006), quando disseram que o efeito cinético altera o equilíbrio sortivo da resina a partir de determinada velocidade. Isso porque quando o analito passa cada vez mais rápido pela coluna, menos tempo a espécie de interesse tem para entrar em equilíbrio com a fase sólida. Em outras palavras, a velocidade de migração do analito deve ser alta o suficiente



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR

ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

para transportar a maior quantidade de matéria (íons Cu^{2+} e Zn^{2+}) para a coluna, porém, não tão alta a ponto do analito não ter tempo suficiente para ser retido na coluna.

O fator de pré-concentração para a metodologia proposta foi de 50 e 54 para os íons Cu^{2+} e Zn^{2+} , respectivamente. O material sintetizado foi aplicado com sucesso a determinação de cobre e zinco em amostras de sucos de industrializados.

A fim de investigar se o procedimento descrito sofre da interferência, foi estudado o efeito de íons coexistentes na determinação de $100 \mu\text{g L}^{-1}$ de cobre e $100 \mu\text{g L}^{-1}$ de zinco pelo método proposto. Qualquer desvio $> \pm 5\%$ do valor de absorvância de cobre ou zinco foi tomado como uma interferência. Os resultados são apresentados na **Tabela 1**. As substâncias interferentes examinadas não prejudicaram a qualidade do sinal analítico quando os parâmetros químicos e hidrodinâmicos foram mantidos em níveis ótimos, indicando que o método proposto apresenta boa seletividade.

Tabela 1. Quantidade máxima tolerável de espécies interferentes para determinação de cobre ($100 \mu\text{g L}^{-1}$) e zinco ($100 \mu\text{g L}^{-1}$) em batelada usando XAD funcionalizada com ácido cromotrópico.

| Substância | Quantidade máxima tolerável | |
|------------------|-----------------------------|---|
| | Cobre (II) | Zinco (II) |
| Al^{3+} | $1,0 \text{ g L}^{-1}$ | $\text{Al}^{3+} 1,0 \text{ g L}^{-1}$ |
| Br^- | $0,1 \text{ g L}^{-1}$ | $\text{Br}^- 0,1 \text{ g L}^{-1}$ |
| Cd^{2+} | $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ | $\text{Cd}^{2+} 0,5 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Cl^- | $0,1 \text{ g L}^{-1}$ | $\text{Cl}^- 10,0 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Co^{2+} | $20,0 \text{ mg L}^{-1}$ | $\text{Co}^{2+} 20,0 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Cr^{3+} | $20,0 \text{ mg L}^{-1}$ | $\text{Cr}^{3+} 0,5 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Fe^{3+} | $1,0 \text{ mg L}^{-1}$ | $\text{Fe}^{3+} 1,0 \text{ mg L}^{-1}$ |
| K^+ | $0,2 \text{ g L}^{-1}$ | $30,0 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Mg^{2+} | $0,1 \text{ g L}^{-1}$ | $0,1 \text{ g L}^{-1}$ |
| Na^+ | $0,1 \text{ g L}^{-1}$ | $10,0 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Ni^{2+} | $20,0 \text{ mg L}^{-1}$ | $0,1 \text{ mg L}^{-1}$ |
| NO_3^- | $0,2 \text{ g L}^{-1}$ | $30,0 \text{ mg L}^{-1}$ |
| Pb_2^+ | $20,0 \text{ mg L}^{-1}$ | $1,0 \text{ mg L}^{-1}$ |

O procedimento é muito interessante para utilização em análises de rotina devido ao tempo de vida útil da coluna (mais de 300 ciclos) e simplicidade do sistema, tanto no que diz respeito ao manuseio quanto a montagem.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR

ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

Tabela 2. Parâmetros e características analíticas para a pré-concentração de Cu^{2+} e Zn^{2+} com XAD-AC.

| | |
|---|---|
| Solução-tampão, Cu^{2+} e Zn^{2+} | Borato de sódio pH 8,0 |
| Eluente | Ácido clorídrico |
| Concentração do eluente | 1,0 mol.L ⁻¹ |
| Vazão da amostra (para ambos) | 8,0 ml min ⁻¹ |
| Limite de detecção para Cu(II) | 0,84 µg.L ⁻¹ |
| Limite de detecção para Zn(II) | 1,4 µg.L ⁻¹ |
| Volume do eluente, mL | 1,5 |
| Volume da solução, mL | 100,0 |
| Fator de enriquecimento | 50,0 (Cu^{+2}) e 60,0 (Zn^{+2}) |
| Faixa linear para Cu^{2+} e Zn^{2+} | 5,0 – 200,0 µg L ⁻¹ |
| Precisão | 2,4 – 4,3 |
| Exatidão | 94,5 – 102,0% |

O procedimento analítico proposto foi aplicado para a determinação de Cu^{2+} e Zn^{2+} em folhas de maçã e espinafre. Os resultados estão descritos na **Tabela 3**. As Recuperações como amostras fortificadas foram quantitativas, apresentando valores que variaram de 2,4 a 4,3 para ambos os elementos cobre e zinco. Os resultados indicam que o método proposto pode ser usado de forma confiável para a determinação desses íons metálicos em matrizes. Limites de detecção (3σ) expressos em microgramas de metal por grama de amostras sólidas na **Tabela 2** foram 0,84 e 1,4 µg g⁻¹, para cobre e zinco, respectivamente.

Tabela 3. Concentração de cobre e zinco nas diferentes amostras de sucos de frutas industrializados.

| Amostras | Adicionado (µg.g ⁻¹) | Cobre encontrado (µg.g ⁻¹) | Recuperação (%) | Zinco encontrado (µg.g ⁻¹) | Recuperação (%) |
|--------------------|----------------------------------|--|-----------------|--|-----------------|
| Folha de maçã | 0 | 4,28±1,1x10 ⁻³ | — | — | — |
| | 5 | 8,15±2,1x10 ⁻³ | 98% | 3,48±2,4x10 ⁻¹ | 93% |
| Folha de espinafre | 0 | 4,67±2,0x10 ⁻³ | — | 3,1±2,0x10 ⁻² | — |
| | 5 | 9,46±3,0x10 ⁻³ | 96% | 8,35±2,0x10 ⁻² | 105% |
| Laranja | 0 | 2,56±1,0x10 ⁻⁴ | — | 2,8±3x10 ⁻³ | — |
| | 5 | 7,23±9,2x10 ⁻⁴ | 93% | 7,84±1,6x10 ⁻³ | 101% |
| Acerola | 0 | 2,3±3,3x10 ⁻³ | — | 2,38±1,5x10 ⁻³ | — |
| | 5 | 7,2±2,8x10 ⁻³ | 98% | 7,6±1,4x10 ⁻² | 104% |
| Abacaxi | 0 | 2,65±1,2x10 ⁻² | — | 2,49±1,5x10 ⁻³ | — |
| | 5 | 7,5±1,4x10 ⁻³ | 97% | 7,3±1,2x10 ⁻² | 96% |
| Caju | 0 | 2,3±2,1x10 ⁻³ | — | 2,36±4,0x10 ⁻³ | — |
| | 5 | 7,2±1,8x10 ⁻³ | 101% | 7,49±2,0x10 ⁻³ | 102% |
| Uva | 0 | 2,4±2,0x10 ⁻³ | — | 2,43±1,0x10 ⁻³ | — |
| | 5 | 7,48±1,2x10 ⁻³ | 96% | 7,38±2,3x10 ⁻³ | 102% |
| Maracujá | 0 | 2,2±2,0x10 ⁻³ | — | 2,65±1,4x10 ⁻³ | — |
| | 5 | 7,6±3,0x10 ⁻³ | 104% | 7,66±3,0x10 ⁻³ | 98% |



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

Para avaliar a precisão do presente método, dois materiais de referência certificados foram analisados: NIST 1570a Folhas de Espinafre e Folhas de maçã. De acordo com a **Tabela 3**, as concentrações de cobre e zinco determinadas nestes materiais pelo procedimento desenvolvido estão de acordo com os valores certificados. Os intervalos de confiança estão no nível de 95%. Esses resultados indicam a aplicabilidade da pré-concentração desenvolvida sistema para determinação de cobre e zinco sem interferências nas amostras de sucos de frutas industrializadas analisadas.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

A resina funcionalizada com o ácido cromotrópico é um sorvente quelante viável à pré-concentração de metais em sistemas em batelada. Os baixos limites de detecção, limites de quantificação e fatores de enriquecimento alcançados, assim como a simplicidade na obtenção, faz da resina CA-XAD um sorvente promissor para uso em sistemas em batelada para determinação de metais em amostras de sucos industrializados. A determinação envolve um procedimento rápido, fácil e eficaz para a pré-concentração dos metais. Além disso, nenhuma fonte grave de interferência para a técnica foi observada a partir de várias substâncias testadas. A alta tolerância a interferência, aliada às vantagens apresentadas é muito interessante para laboratórios de rotina em análise de micro e macroelemento.

REFERÊNCIAS

CAMPOS, E. M. F.; ROGONI, T. T.; MASSOCATTO, C. L.; DINIZ, K. M.; CAETANO, J.; DRAGUNSKI, D. C. Quantificação de minerais em sucos industrializados. **Arq. Ciênc. Saúde UNIPAR**, Umuarama, v. 14, n. 1, p. 11-16, jan./abr. 2010.

GAMA, E. M.; LIMA, A. S. LEMOS, V. A. Preconcentration system for cadmium and lead determination in environmental samples using polyurethane foam/Me-BTANC. **Journal of Hazardous Materials B**, v. 136, p. 757-762, 2006.

GUOQIANG, I.; YAN, Huang; YIFAN, Luo. Solid phase extraction of trace cadmium and lead in food samples using modified peanut shell prior to determination by flame atomic absorption spectrometry. **Microchim Acta**, v. 165, p. 237-242, 2009.

LEMOS, V. A.; SANTOS, L. N.; OLIVEIRA, A. P. OLIVEIRA; DAVID, G. T. Chromotropic acid functionalized polyurethane foam: a new sorbent for the on-line preconcentration and determination of cobalt and nickel in lettuce samples. **Journal of Separation Science**, Weinheim, v. 29, n.9, p. 1197-1204, 2006.

LEMOS, V. A.; SILVA, D. G.; CARVALHO, A. L.; SANTANA, D. A.; NOVAES, G. S.; PASSOS, A. S. Synthesis of Amberlite XAD-2-PC resin for preconcentration and determination of trace elements in food samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry. **Microchemical Journal**, Amsterdã, v. 84, n.1-2, p. 14-21, 2006.

LEMOS, V. A.; JESUS, A. A.; GAMA, E. M.; DAVID, G. T.; YAMAKI, R. T. Online solid phase extraction and determination of copper in food samples using polyurethane foam loaded with Me-BTANC. **Anal. Lett.** v. 38, p. 679, 2005.



RECIMA21 - REVISTA CIENTÍFICA MULTIDISCIPLINAR ISSN 2675-6218

APLICAÇÃO DA RESINA AMBERLITE XAD-2 FUNCIONALIZADA COM ÁCIDO CROMOTRÓPICO EM SISTEMA DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE ÍONS COBRE E ZINCO EM SUCOS INDUSTRIALIZADOS
Ednilton Moreira Gama, Roberta Pereira Matos, Breno Silva e Castro Moraes

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Portaria nº 685 de 28/8/1998; Poder Executivo.** Dec. nº 55.871 de 09 de abril de 1965. Brasília: Ministério da Saúde, 1998.

REIS, J. P.; CRUZ, G. F. B.; PACHECO, W. F.; CASSELLA, R. J. Development of a System for Cd Pre Concentration on XAD-4 Resin Modified with Fenilfluorona and Determination by Atomic Absorption Spectrometry. **Química Nova**, v. 39, n. 5, p. 561-566, 2016.

ROCHA, O. S. M. **Determinação de direta de metais em sucos industrializados por GF AAS.** 2016. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) - Universidade Federal Fluminense, Niterói, RJ, 2016.

SARAN, R.; BASU BAUL; T. S.; KHATHING, D. T. Simultaneous Determination of Trace Heavy Metals in Waters by Atomic Absorption Spectrometry After Preconcentration by Solvent Extraction. **Analytical Letters**, v. 25, p. 1545-1557, 1992.

TEIXEIRA, V. G.; COUTINHO, F. M. B.; GOMES, A. S. Resinas poliméricas para separação e pré-concentração de chumbo. **Química Nova**, v. 27, p. 754-762, 2004.