

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO DE PREPARO DE AMOSTRA PARA DETERMINAÇÃO DE B, Ba, Pb e Zn EM AMOSTRAS DE CELULOSE KRAFT POR MIP OES

MIGUEL PEREIRA SOARES¹; CHARLIE G. GOMES²; DAÍSA H. BONEMANN³;
ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO⁴; MARIANA ANTUNES VIEIRA⁵

¹Universidade Federal de Pelotas, Bacharelado em Química Industrial – sp.miguel@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – charlieggomesii@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – daisa_bonemann@yahoo.com.br

⁴Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – andersonsch@hotmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – maryanavieira@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O papel *Kraft* é um tipo de papel composto por 100% de fibras virgens, com apresentação na cor *kraft* natural (parda). Sua composição garante maior resistência, além de excelente estabilidade e desempenho em ondulateiras e impressoras. O papel *Kraft* é bastante usado para fabricação de caixas para indústria de fumo, hortifrúti e embalagens de transporte. Também, é empregado como matéria-prima para confecção de embalagens para armazenamento de alimentos (*in natura* e longa duração), para cocção (a quente ou aquecimento em forno) e para filtração (à quente) (OFF PAPER, 2018).

Devido a utilização do papel *Kraft* em embalagens de produtos alimentícios, percebe-se a urgência de um controle de qualidade em relação a presença de elementos químicos. Essa avaliação pode ocorrer em relação a presença, teor e potencialidade tóxica dos metais presentes, pois os seres humanos podem ter a sua saúde prejudicada se expostos a altos níveis de concentrações, ou até mesmo pouca concentração acumulada durante os anos (SARON, 2009).

Durante uma análise química, o preparo da amostra é de extrema importância, pois é nesta etapa onde os analitos presentes na amostra fiquem acessíveis para a sua quantificação, a partir da decomposição de matéria orgânica por ação de ácidos ou calor (KRUG, 2010). Por esta razão, o desenvolvimento de métodos alternativos de preparo de amostra se mostra importante para a análise e validação de dados. A partir de otimizações do método é possível obter as melhores condições para a sua aplicação e obtenção de resultados confiáveis (BENTLIN, 2009; KRUG, 2010).

Para a determinação dos analitos presentes nas amostras, faz-se necessário o uso de técnicas analíticas que forneçam resultados com adequada precisão e exatidão. Desta forma, neste trabalho, a técnica de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES) foi empregada, desde que a mesma possui caráter multielementar e baixo custo, pois utiliza o gás nitrogênio retirado do ar atmosférico para a manutenção do plasma (SKOOG, 2006).

Sendo assim, este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento e a aplicação de um método de preparo de amostra simples e eficaz para a determinação de elementos possivelmente tóxicos como B, Ba, Pb e Zn por MIP OES em amostras de polpa de celulose *Kraft*.

2. METODOLOGIA

As amostras de polpa de celulose *Kraft* foram doadas por indústrias fabricantes deste material em território nacional. Para o preparo das amostras, a decomposição ácida foi empregada em um sistema fechado de baixa pressão com tubos de borossilicato de tampa rosqueável, sobre ventilação forçada. O método foi otimizado através do uso de um delineamento de composto central rotacional (DCCR), considerando as seguintes variáveis independentes: proporção entre o volume de HNO₃ e H₂O₂ (de 1,2 a 1,8 mL de HNO₃ e 0,8 a 0,2 mL de H₂O₂), massa de amostra (de 80,4 a 169,6 mg) e tempo de decomposição (de 144 a 216 min), onde foram utilizadas as intensidades dos elementos como respostas analíticas, conforme trabalho apresentado no Encontro Nacional de Química Analítica de 2022 (ENQA). A temperatura do sistema foi mantida fixa em 150°C.

Após a otimização, as condições ótimas foram: 169,6 mg de massa de amostra, 1,2 mL de HNO₃ com 0,8 mL de H₂O₂, durante 216 minutos. As amostras resultantes foram avolumadas a 15 mL com água desionizada e posteriormente filtradas para análise em MIP OES. Para avaliar a exatidão, o método foi aplicado ao material de referência certificado CRM-Agro FT_012026 e C1005.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O método desenvolvido utilizando decomposição ácida para determinação de B, Ba, Pb e Zn por MIP OES apresentou bons parâmetros de mérito. A faixa linear de calibração foi de 0,1 a 5 mg/L para todos os elementos e as curvas apresentaram coeficientes de correlação linear maiores que 0,99 e bons limites de detecção e quantificação. Os valores de recuperação para os analitos nos materiais de referência certificados ficaram entre 82 e 115%, comprovando a exatidão do método.

A Tabela 1 apresenta os resultados de concentração de B, Ba, Pb e Zn obtidos a partir da aplicação da metodologia desenvolvida em amostras de polpa de celulose *kraft* dos tipos marrom e branca de fibra curta e branca de fibra longa, todas com baixo teor de umidade presente.

Tabela 1: Concentrações obtidas para B, Ba, Pb e Zn por MIP OES em diferentes celulosas. Valores em mg kg⁻¹ (n=3).

	B	Ba	Pb	Zn
BC	1,768 ± 0,003	11,47 ± 0,01	0,883 ± 0,001	17,38 ± 1,38
MC	4,15 ± 0,38	7,96 ± 0,01	0,8852 ± 0,0004	7,51 ± 0,64
BL	1,76 ± 0,02	1,36 ± 0,08	2,62 ± 0,02	21,30 ± 1,58

Valores descritos como média ± desvio padrão.

Amostras de celulose: BC: Branca curta; MC: Marrom Curta; BL: Branca longa.

A Resolução RDC N° 88, de 29 de junho de 2016 regulamenta sobre materiais, embalagens e equipamentos celulósicos destinados a entrar em contato com alimentos, estabelecendo limites máximos para elementos presentes nos materiais celulósicos, do tipo produto acabado, que podem vir a migrar para o alimento devido a seu contato direto. Desta forma utilizou-se esta resolução para estabelecer uma comparação dos valores obtidos com os limites máximos estabelecidos (LME).

A partir dos resultados obtidos nas amostras de polpa de celulose *kraft* (Tabela 1) observa-se que as concentrações de B e Ba nas amostras CBC, CMC e

CBL estão acima do LME pela RDC N° 88, 0,5 mg kg⁻¹ e 1 mg kg⁻¹ respectivamente. Já para Pb e Zn, todas as amostras estão dentro do LME de 3 µg g⁻¹ e 25 mg kg⁻¹.

As variações das concentrações dos elementos podem se dar devido a fatores ambientais, tais como a variação da espécie da madeira utilizada no processo de polpação, tipo de solo em que foi plantado, clima e localidade, além de fatores como fertilizantes utilizados para favorecer o crescimento das plantas, herbicidas e qualidade do ar da região do plantio (ANDRADE, 2011). A diferença das concentrações entre a polpa marrom e a branca também pode se dar devido a etapa adicional de branqueamento, processo onde ocorre uma alta oxidação da polpa, através de diversas reações químicas (FREDDO, 1999).

4. CONCLUSÕES

A metodologia proposta para determinação da concentração de B, Ba, Pb e Zn nas amostras de polpa de celulose *kraft* mostrou-se exata e precisa, permitindo a detecção por uma técnica multielementar com boa sensibilidade. Porém, considerando que a polpa de celulose *Kraft* é utilizada como matéria prima das embalagens que entram em contato com os alimentos, os elementos B e Ba apresentam potencial risco para a saúde humana, enquanto os elementos Pb e Zn não. Diante disto torna-se evidente a necessidade de haver uma metodologia para avaliar a presença de elementos e as suas quantidades a fim de garantir uma segurança alimentar humana bem como o risco do descarte de resíduos no meio ambiente.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

OFF PAPER. **Embalagens de papel kraft para alimentos é uma forte tendência entre fabricantes.** São Paulo, 22 out. 2018. Artigos. Acessado em 15 de agosto de 2022. Online. Disponível em: <<https://www.offpaper.com.br/embalagens-de-papel-kraft-para-alimentos-e-uma-forte-tendencia-entre-fabricantes/>>.

SARON, Elisabete Segantini. O USO DE MATERIAIS CELULÓSICOS RECICLADOS PARA EMBALAGENS DE ALIMENTOS. **Instituto de Tecnologia de Alimentos**, v. 21, n. 3, 2009.

KRUG, F. J. **Métodos de Preparo de Amostras: Fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar.** Piracicaba: 1ª ed., 340, 2010.

SKOOG, WEST, HOLLER, CROUCH, **Fundamentos de Química Analítica**, 8a Edição. Editora Thomson, São Paulo-SP, 2006.

ANVISA, Resolução n° 88, de 29 de Junho de 2016, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária-ANVISA; “Aprova o regulamento técnico sobre materiais, embalagens e equipamentos celulósicos destinados a entrar em contato com alimentos e dá outras providências.” publicada no Diário Oficial da União em 30/06/2016; Brasília, DF.

ANDRADE, Meire Cristina Nogueira de et al. Estudo comparativo da constituição nutricional da madeira e casca de espécies e clones de eucalipto visando o cultivo de shiitake em toras. **Revista Árvore**, v. 35, p. 183-192, 2011.

FREDDO, André et al. Elementos minerais em madeiras de eucaliptos e acácia negra e sua influência na indústria de celulose kraft branqueada. **Ciência Florestal**, v. 9, p. 193-209, 1999.