

SÍNTESE DE UM POLÍMERO COM DOIS ÍONS IMPRESSOS E SUA  
APLICAÇÃO EM UM SISTEMA PARA PRÉ-CONCENTRAÇÃO E  
DETERMINAÇÃO DE CÁDMIO E CHUMBO EM AMOSTRAS DE AÇÚCAR  
POR F AAS<sup>1</sup>

Marcella Purificação Di Girolamo<sup>2</sup>, Marcelo Eça Rocha<sup>3</sup>

RESUMO

Neste trabalho foi desenvolvido um sistema de pré-concentração em batelada para a determinação de cádmio e chumbo em amostras de açúcar usando a espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS). Para testar a aplicabilidade do método foram utilizados quatro tipos de açúcares: cristal, refinado, mascavo e orgânico, totalizando sete amostras, onde todas foram obtidas em redes de supermercados da cidade de Jequié, Bahia, Brasil. O processo de extração ocorreu em fase sólida, através de uma mini coluna recheada com uma resina polimérica capaz de imprimir em sua estrutura um íon específico, conhecida como IIP. A síntese do polímero impresso com dois íons metálicos foi realizada pelo método convencional "in bulk" ou polimerização em massa, ocorrendo em duas etapas: complexação e polimerização. A exatidão do método foi comprovada pela determinação de Cd (II) e Pb (II) em material certificado de tecido de mexilhão. As condições experimentais, tais como o pH da solução tampão, tipo de eluente, concentração do eluente, vazões da amostra e eluente e, volume da amostra foram amplamente estudados. Sob as condições otimizadas, os parâmetros analíticos mostraram um fator de enriquecimento de 60 para cádmio e 33 para chumbo, limites de detecção de 1,06  $\mu\text{g g}^{-1}$  e 1,50  $\mu\text{g g}^{-1}$  respectivamente e limites de quantificação 3,55  $\mu\text{g g}^{-1}$ , 5,0  $\mu\text{g g}^{-1}$  para cádmio e chumbo na sequência. Com a exceção de uma das marcas, todas as demais amostras de açúcar não apresentaram contaminação, ou os valores estavam abaixo dos limites de detecção. A síntese da resina impressa com dois íons metálicos foi obtida com sucesso e se mostrou eficiente no processo de extração e quantificação de cádmio e chumbo em amostras reais.

PALAVRAS-CHAVE: cádmio, chumbo, F AAS, pré-concentração, polímeros com íons impressos.

SYNTHESIS OF A POLYMER WITH TWO IMPRINTED IONS AND ITS APPLICATION  
IN A SYSTEM FOR PRECONCENTRATION AND DETERMINATION OF CADMIUM  
AND LEAD IN SUGAR SAMPLES BY F AAS

ABSTRACT

In this paper a pre-concentration system in batch for the determination of cadmium and lead in the sugar samples using flame atomic absorption spectrometry (F AAS) was developed. To test the applicability of the method four types of sugars were used: crystal, refined, brown and organic sugar, totalizing seven samples, which were obtained in all supermarket chains in the city of Jequié, Bahia, Brazil. The extraction process occurred

---

<sup>1</sup> Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB)

<sup>2</sup> Graduanda em Bacharelado em Química, Jequié, Bahia, Brasil

<sup>3</sup> Professor Doutor em Química, Jequié, Bahia, Brasil

in solid phase, through a mini-column filled with a polymeric resin capable of printing a specific ion structure, known as the IIP. The synthesis of imprinted polymer with two metal ions was conducted by conventional "in bulk" method or bulk polymerization, occurring in two steps: polymerization and complexation. The exactness of the method was verified by the determination of Cd(II) and Pb(II) in mussel tissue certified material. The experimental conditions such as the pH of the buffer solution, type of eluent, concentration of the eluent, the sample and eluent flow and volume of the sample were widely studied. Under optimized conditions, the analytical parameters showed an -1 enrichment factor of 60 for each cadmium and 33 to lead, detection limits of 1,06  $\mu\text{g g}^{-1}$  and 1,50  $\mu\text{g g}^{-1}$  respectively and limits of quantification 3,55  $\mu\text{g g}^{-1}$ , 5,0  $\mu\text{g g}^{-1}$  for cadmium and lead in the sequence. With the exception of one of the brands, all other sugar samples displayed no contamination, or the values were below the detection limits. The synthesis of printed resin with two metallic ions was obtained successfully and proved itself efficient in the process of extraction and quantification of cadmium and lead in real samples.

KEYWORDS: cadmium, F AAS, lead, pre-concentration, polymers with printed ions.

## INTRODUÇÃO

O chumbo (Pb) e o cádmio (Cd) são metais pesados tóxicos e não essenciais ao organismo, acumulando-se e sendo eliminados lentamente. O Pb ( $Z=82$ ; 207,19  $\text{g mol}^{-1}$ ) pertence ao sexto período e 14º grupo, enquanto o Cd ( $Z=48$ ; 112,4  $\text{g mol}^{-1}$ ) situa-se no quinto período e 12º grupo. A ingestão ocorre principalmente pela cadeia alimentar, podendo causar intoxicações crônicas, e ambos têm uso industrial em ligas, soldas, fundição e combustíveis fósseis, liberando-se como gases particulados.

A análise direta desses metais é dificultada pelo baixo teor em matrizes complexas, sendo necessária pré-concentração para técnicas como FAAS e ICP-OES. Métodos comuns incluem coprecipitação, extração líquido-líquido, ponto-nuvem e extração em fase sólida (SPE), destacada por baixo custo, rapidez, eficiência e possibilidade de automação. A SPE utiliza sorventes sólidos (sílica gel, óxido de alumina, carvão ativado, celulose, quitosana, resinas poliméricas) para remover interferentes e extrair analitos.

Polímeros sintéticos com impressão molecular (MIP) e com íons impressos (IIP) têm se destacado pela alta seletividade. MIPs usam moléculas molde, enquanto IIPs utilizam íons metálicos, formando sítios de reconhecimento por complexação, polimerização e remoção do íon. Esses materiais permitem pré-concentração seletiva e acoplamento a técnicas espectroanalíticas.

Este trabalho desenvolve um IIP bimetálico para pré-concentração e determinação de Pb e Cd em açúcar comercializado em Jequié-BA, oferecendo método simples, rápido e seletivo para análise de metais em alimentos.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados reagentes de grau analítico, água deionizada e tampões (acetato, borato e amoniacal) para ajuste de pH. Soluções padrão de Cd(II) e Pb(II) ( $1000 \text{ mg L}^{-1}$ ) foram preparadas por diluições, assim como eluentes ácidos (HCl,  $\text{HNO}_3$  e  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Para síntese do polímero empregaram-se ácido cromatográfico, vinilpiridina, estireno, divinilbenzeno, metanol e iniciador radicalar (AIBN). Como referência utilizou-se tecido de mexilhão ERM-CE278.

As análises foram realizadas em FAAS (Perkin Elmer Analyst 200) com lâmpadas de cátodo oco, comprimentos de onda de 228,8 nm (Cd) e 283,3 nm (Pb), fenda de 1 mm, chama acetileno-ar e nebulização de  $5,0 \text{ mL min}^{-1}$ . O sistema de pré-concentração utilizou bomba peristáltica multicanal e mini colunas (0,3 g de polímero, 2 mL), com eluatos coletados em microtubos e analisados em triplicata.

O IIP-Cd-Pb foi sintetizado por polimerização em massa em atmosfera inerte e  $70^\circ\text{C}$  por 24 h. Complexos metálicos foram formados com ácido cromatográfico e vinilpiridina em metanol, secos e polimerizados com estireno, divinilbenzeno e AIBN. O polímero obtido foi triturado, peneirado e acondicionado nas mini colunas. A limpeza dos íons residuais foi feita com  $\text{HNO}_3$  1:1 v/v por 24 h. Um polímero não impresso (NIP) foi preparado como controle.

As amostras de açúcar (cristal, refinado, mascavo e orgânico) foram preparadas por digestão ácida (amostra certificada) ou diluição simples (amostras reais), ajustando-se o pH com tampão borato e completando o volume com água deionizada.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

**TABELA 1.** Condições experimentais otimizadas para pré-concentração de  $\text{cd}^{2+}$  e  $\text{pb}^{2+}$ .

Parâmetro	Resultados	
	Cádmio (Cd)	Chumbo (Pb)
pH	7,0 - 8,0	7,0
Ácido clorídrico		
Tipo de eluente		
Conc. do eluente	0,3 mol/L	0,5 mol/L
Vazão da amostra	5,0 mL/min	
Vazão do eluente	5,0 mL/min	
Volume da solução	50,0 mL	

Fonte: adaptada pelo autor

A Tabela 1 resume as condições otimizadas para o sistema em linha. O sistema de pré-concentração foi otimizado avaliando-se parâmetros como pH, tipo e concentração do eluente, vazão da amostra e do eluente, e volume da solução. O pH ideal para retenção foi 7,0, garantindo sorção quantitativa de Pb e Cd. O ácido clorídrico ( $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ ) foi selecionado como eluente, apresentando melhor dessorção para ambos os metais. A vazão da amostra de  $5,0 \text{ mL min}^{-1}$  proporcionou bom tempo de interação sem comprometer a eficiência, enquanto a vazão do eluente também foi otimizada em  $5,0 \text{ mL min}^{-1}$ , equilibrando remoção eficiente dos íons e manutenção da sorção subsequente. O volume de amostra ideal foi definido como 50 mL, evitando dispersão excessiva dos íons e prolongamento do tempo de pré-concentração.

A exatidão do método foi avaliada com o material de referência certificado ERM-CE278 (tecido de mexilhão), apresentando concordância com os valores certificados. Parâmetros analíticos como limites de detecção, quantificação, precisão e fatores de enriquecimento foram determinados, mostrando boa reprodutibilidade (desvio relativo de 3,77% para Cd na concentração de  $5,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$  e Pb na concentração de  $25,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ ,  $n=7$ ).

A aplicação do método em sete amostras de açúcar (cristal, refinado, mascavo e orgânico) revelou que apenas uma marca apresentou Cd detectável ( $0,053 \text{ } \mu\text{g g}^{-1}$ ), abaixo dos limites estabelecidos pela OMS e legislação brasileira ( $1,0 \text{ mg kg}^{-1}$ ). Os resultados confirmam que o sistema de pré-concentração com IIP bimetálico é eficiente, seletivo e reprodutível para determinação de Pb e Cd em alimentos.

### CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES

A síntese do polímero impresso com Cd(II) e Pb(II) foi realizada com êxito, permitindo seu uso como fase sólida em mini colunas para pré-concentração em sistema em batelada. O método validado demonstrou eficiência na extração e quantificação dos íons metálicos em amostras reais de açúcar, com determinação realizada por FAAS. O procedimento destacou-se pela simplicidade, rapidez, sensibilidade e baixo custo, apresentando elevada seletividade e reprodutibilidade na separação dos analitos.

A aplicação prática evidenciou que a resina obtida constitui uma alternativa eficaz e viável para monitoramento de Cd e Pb em alimentos, contribuindo para análises ambientais e de segurança alimentar. Dessa forma, o estudo confirmou a aplicabilidade do IIP bimetálico como ferramenta analítica promissora para detecção de metais tóxicos em matrizes complexas, reforçando seu potencial em metodologias de controle de qualidade e avaliação de risco à saúde pública.

### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

(1) DUARTE, R. P. S.; PASQUAL, A. Avaliação do cádmio (Cd), chumbo (Pb), níquel (Ni) e zinco (Zn) em solos, plantas e cabelos humanos. *Energia na Agricultura*, v. 15, n. 1, p. 48-55, 2000.

(2) MELO, Geovane Gonçalves; GIROLAMO, Marcella de Purificação Di; ARAÚJO, Sulene Alves de; LEMOS, Valfredo Azevedo; REIS, Marcelo Eco. Síntese de um polímero com dois íons impressos e sua aplicação em um sistema para pré-concentração e determinação de cádmio e chumbo em amostras de açúcar por F AAS. *Brazilian Journal of Development*, Curitiba, v. 11, n. 6, p. 55507–55525, jun. 2025. DOI: 10.34117/bjdv11n6-092.

(3) SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A., Fundamentos de Química Analítica. Tradução da Oitava edição norte americana, editora Bookman, Porto Alegre - RS, 2006.

(4) TAVARES, A. D. Determinação de Cádmio e Chumbo em Alimentos e Bebidas Industrializados por Espectrometria de Absorção Atômica com Atomização Eletrotérmica. - Tese de Doutorado Químico, UFPB, João Pessoa. 2010.