



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO
DE ELEMENTOS METÁLICOS EM MATERIAIS POLIMÉRICOS POR ICP-MS**

Gabrielle Ferreira **Santos**^{1a}; Solange **Cadore**^{2c}, Fábio Ferreira da **Silva**^{3c};
Paulo Henrique Massaharu **Kiyataka**^{1c}; Elisabete Segantini **Saron**^{1b}

¹Instituto de Tecnologia de Alimentos, Centro de Tecnologia de Embalagem;

²Instituto de Química - UNICAMP; ³Agilent Technologies Brasil Ltda.

Nº 13222

RESUMO – O presente estudo teve por objetivo desenvolver e validar método analítico para determinação do teor total de Li, B, Cr, Mn, Fe, Co, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg e Pb em materiais plásticos, empregando a técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). No desenvolvimento do método foram utilizados um material de referência certificado de polietileno de baixa densidade (PEBD) - ERM®-EC680k - e adição de padrão no material de referência, para os elementos não certificados. Também foi feita adição de padrão em dois tipos de polímeros compreendidos por polietileno de alta densidade (PEAD) e polipropileno (PP), ambos com e sem aditivação com estearato de magnésio. Para o tratamento das amostras foi feita mineralização ácida em sistema fechado assistido por micro-ondas. A metodologia analítica foi satisfatoriamente desenvolvida e validada para a determinação de 16 elementos nos dois tipos de polímeros estudados (PEAD e PP). Este método também poderá ser aplicado para análise de outros polímeros da família das poliolefinas para monitorar a presença de contaminantes metálicos em materiais plásticos usados na produção de embalagens plásticas destinadas ao contato com alimentos e bebidas.

Palavras-chaves: Polietileno, polipropileno, embalagem, ICP-MS, contaminantes metálicos.

^aBolsista CNPq: Graduação em Química Tecnológica - UNICAMP, gabrielle.fsantos91@gmail.com, ^bOrientador, ^cColaborador



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

ABSTRACT - *The present study aimed to develop and validate analytical method aiming the determination of Li, B, Cr, Mn, Fe, Co, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg and Pb in plastic materials by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). In the method development a certified reference material of low density polyethylene (LDPE) - ERM®-EC680k - and standard addition in reference material, for non-certified elements were used. Standard addition in high density polyethylene (HDPE) and polypropylene (PP), both with and without magnesium stearate additive were also used. For sample treatment acid mineralization assisted by microwave radiation in a closed system was used. The analytical methodology was successfully developed and validated for the determination of 16 elements in two types of studied polymers (HDPE and PP). This method may also be applied to other family of polyolefins polymers, to monitor metal contaminants in different plastic materials used to produce plastic packaging intended to contact with food and beverages.*

Key-words: Polyethylene, polypropylene, packaging, ICP-MS, metallic contaminants.

1 INTRODUÇÃO

No ano de 2011 o Brasil produziu 6.502 mil toneladas de transformados plásticos, sendo que 16% (1.040 toneladas) foram destinadas à produção de embalagens para alimentos e bebidas, das quais, 21% foram produzidas em polietileno de alta densidade (PEAD) e 25% em polipropileno (PP) (ABIPLAST, 2011).

O PEAD tem aplicação expressiva nas embalagens rígidas como frascos, garrafas, tampas, bombonas, baldes, tambores, tanques e outros. O PP é muito usado na fabricação de filmes mono ou biorientados, para rafia e filamentos, e quando aplicado em embalagens rígidas, é empregado na produção de frascos e garrafas soprados, tampas e caixas injetadas e chapas para termoformação de potes e bandejas. Estes materiais podem ser utilizados para o acondicionamento de diversos produtos como farmacêuticos, alimentícios, cosméticos, produtos de higiene e limpeza, produtos químicos e agroquímicos, contentores para frigoríficos, hortifrutigranjeiros, dentre outros (GARCIA et al, 2008).

As embalagens plásticas podem possuir em sua composição elementos metálicos, os quais são provenientes principalmente de aditivos, utilizados como estabilizantes térmicos ou de pigmentos



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013 13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

e corantes empregados na coloração das embalagens (ZENEON et al, 2004). Estes elementos quando presentes em embalagens para alimentos podem migrar para o produto, representando um risco de ingestão pelo consumidor. A ocorrência de elementos metálicos em materiais poliméricos também pode representar risco de contaminação ambiental, quando ocorre descarte indevido no meio ambiente.

A espectrometria de massas é uma técnica analítica instrumental que permite separar as espécies iônicas de acordo com a razão entre suas massas e cargas elétricas, m/z . Sua capacidade de identificação é usada para íons de elementos, compostos simples e moléculas muito complexas, como os biopolímeros de altos pesos moleculares. Em análises inorgânicas, a sua capacidade de detecção de isótopos permite determinar a composição elementar e isotópica. O acoplamento da fonte de plasma apresenta a capacidade de quantificar individualmente cada isótopo abrangendo elementos desde o Li até o U (GINÉ-ROSIAS et al, 1999).

Este estudo teve por objetivo desenvolver e validar método analítico para a determinação do teor total de elementos inorgânicos (Li, B, Cr, Mn, Fe, Co, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg e Pb) em polietileno de alta densidade (PEAD) e polipropileno (PP), empregando a técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS).

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a validação do método foi utilizado um material de referência de Polietileno de Baixa Densidade (PEBD) - ERM®-EC680k, adquirido do *Institute for Reference Materials and Measurements*, com valores certificados para os elementos As, Pb, Cd, Hg, Sb e Zn. Para determinar a recuperação dos demais elementos, foi feita a adição de padrões no material de referência (apenas dos elementos não certificados). Também foi feita adição de padrões dos elementos a serem estudados em amostras de resinas de PEAD e PP sem aditivação e aditivadas com 0,3 % de estearato de magnésio.

No preparo das amostras e soluções foram empregados reagentes com grau analítico (p.a.) e água ultrapurificada por sistema Milli-Q (Merck Millipore, Darmstadt, Alemanha). As soluções utilizadas na construção das curvas analíticas foram preparadas a partir de soluções padrão individuais de 1000 mg L⁻¹ dos elementos Li, B, Cr, Mn, Fe, Co, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg e Pb (Merck, Darmstadt, Alemanha) em HNO₃ 0,5% (v/v) destilado. Utilizou-se solução padrão contendo 250 µg L⁻¹ de In, Y, Sc e Ge (Specsol, São Paulo, Brasil) como padrão interno.



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013 13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

Os polímeros foram submetidos a processo de mineralização com ácido em sistema fechado assistido por micro-ondas, por meio da pesagem de cerca de 200 mg do material de referência e das amostras de PEAD e PP (ambas sem e com aditivação de estearato de cálcio) em frasco de teflon, utilizando uma balança analítica (A-250, Fisher Scientific), com resolução de 10^{-4} g. Posteriormente foram adicionados 5 mL de HNO_3 65%, 2 mL de H_2O_2 e 1 mL de água ultrapurificada, sendo a amostra mantida em repouso por 1 hora. Na mineralização dos polímeros foi utilizado um digestor de micro-ondas (ETHOS 1, Milestone, Itália) usando 4 etapas, com temperatura máxima de 220°C e tempo total de 50 minutos. O conteúdo digerido foi transferido quantitativamente para balão volumétrico de 50 mL utilizando água ultrapurificada (PERRING et al, 2001; SAKURAKI et al, 2006; KRUG, 2008).

Para a quantificação dos elementos inorgânicos utilizou-se um ICP-MS (7700x, Agilent Technologies, Tóquio, Japão). Os parâmetros utilizados no ICP-MS foram: potência da RF, 1550 W; vazão de argônio, 15 L min^{-1} ; vazão de argônio auxiliar, $0,9 \text{ L min}^{-1}$; vazão do gás de nebulização, $1,03 \text{ L min}^{-1}$; vazão de hélio 5 e 10 mL min^{-1} para os modos He (*Helium*) e HEHe (*High Energy Helium*), respectivamente; número de replicatas, 3; tempo de integração 0,1 s. Foi usado o sistema de reação/colisão octopolar, utilizando gás hélio como gás de reação e os isótopos monitorados foram ^7Li , ^{11}B , ^{52}Cr , ^{55}Mn , ^{56}Fe , ^{59}Co , ^{63}Cu , ^{64}Zn , ^{75}As , ^{78}Se , ^{111}Cd , ^{116}Sn , ^{123}Sb , ^{137}Ba , ^{202}Hg e ^{206}Pb .

Os parâmetros avaliados para a validação do método foram linearidade das curvas analíticas, limites de detecção e quantificação do método, precisão, exatidão e porcentagem de recuperação (INMETRO, 2011).

A precisão do método foi avaliada através da repetibilidade, utilizando o material de referência citado e adição de padrão ao material de referência certificado. A repetibilidade foi avaliada através do coeficiente de variação (CV) para cada elemento. Os valores de CVm (%) máximos aceitáveis para as repetições analíticas foram obtidos através da equação (1) estabelecida por Horwitz (1982). Os resultados dos ensaios têm grau de concordância quando o CV calculado pela equação (2) for inferior ou igual ao obtido pelo cálculo usando a equação (1).

$$\text{CVm (\%)} = 2^{(1-0,5 \log C)} \quad (1)$$

Onde: C = concentração estudada expressa como potência de 10, em $\mu\text{g kg}^{-1}$.

O coeficiente de variação do ensaio realizado é obtido pela equação (2).

$$\text{CV (\%)} = \text{desvio padrão} \times 100 / \text{média} \quad (2)$$



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As linearidades das curvas analíticas foram verificadas através do seu coeficiente de correlação (r), mostrando-se superior a 0,99 nos intervalos de 5 a 60 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para Hg, As e Se; de 2 a 200 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para Cd, Pb, Sb e Sn; de 10 a 300 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para Co, Cu e Cr; de 300 a 1000 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para B e de 100 a 1000 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para Ba, Fe, Li, Mn e Zn.

Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) foram calculados como 3 e 10 vezes o desvio padrão do branco analítico ($n=10$), respectivamente. A precisão foi calculada pelo coeficiente de variação e a exatidão pela recuperação dos analitos, ambos determinados no material de referência certificado (MRC) e pela adição de padrão no MRC ($n=9$). Os valores obtidos encontram-se descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Isótopos, modos de reação/colisão e padrão interno, limite de detecção (LOD), limite de quantificação (LOQ), precisão e exatidão para os elementos estudados.

Isótopos	Padrão Interno	LOD ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	LOQ ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	Precisão (%)		Valor certificado (mg kg^{-1})	Exatidão (%)	
				CV	Máximo		MRC	AP MRC
$^7\text{Li}^*$	In^{115}	3,07	10,22	2,7	18,6	0,40 ⁽¹⁾	--	90,9
$^{11}\text{B}^*$	In^{115}	64,37	214,55	6,4	18,5	0,40 ⁽¹⁾	--	94,6
$^{52}\text{Cr}^{**}$	Sc^{45}	0,27	0,92	5,2	23,9	0,05 ⁽¹⁾	--	99,2
$^{55}\text{Mn}^{**}$	Ge^{72}	0,48	1,60	1,4	18,3	0,40 ⁽¹⁾	--	103,1
$^{56}\text{Fe}^*$	Y^{89}	19,33	64,45	2,5	18,4	0,40 ⁽¹⁾	--	98,4
$^{59}\text{Co}^*$	Ge^{72}	0,16	0,52	4,3	25,1	0,05 ⁽¹⁾	--	100,7
$^{63}\text{Cu}^*$	Sc^{45}	0,21	0,70	6,4	25,8	0,05 ⁽¹⁾	--	83,6
$^{64}\text{Zn}^*$	In^{115}	9,29	30,97	4,3	7,7	137 \pm 20	91,7	--
$^{75}\text{As}^*$	Ge^{74}	0,07	0,22	4,5	13,3	4,1 \pm 0,5	83,6	--
$^{78}\text{Se}^{**}$	In^{115}	0,18	0,58	2,7	29,9	0,015 ⁽¹⁾	--	104,9
$^{111}\text{Cd}^*$	Y^{89}	1,57	5,23	1,8	10,3	19,6 \pm 1,4	83,3	--
$^{116}\text{Sn}^{**}$	Sc^{45}	2,14	7,12	10,0	10,9	15,3 \pm 2,8	81,8	--
$^{123}\text{Sb}^*$	Ge^{74}	0,10	0,32	4,4	11,5	10,1 \pm 1,6	87,0	--
$^{137}\text{Ba}^*$	In^{115}	0,48	1,61	2,6	18,1	0,40 ⁽¹⁾	--	100,6
$^{202}\text{Hg}^*$	Ge^{74}	1,40	4,68	4,3	12,5	4,64 \pm 0,2	110,1	--
$^{206}\text{Pb}^*$	Ge^{74}	1,07	3,58	3,8	10,8	13,6 \pm 0,5	98,8	--

*He (Helium): Sistema de reação/colisão octapolar utilizando gás hélio

**HEHe (High Energy Helium): Sistema de reação/colisão octapolar sob alta energia utilizando gás hélio

(1) Concentração de padrão adicionado ao MRC

CV: Coeficiente de variação

MRC: Material de referência certificado

AP MRC: Adição de padrão no material de referência certificado



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013

13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

Para a precisão do método obtiveram-se valores inferiores a 6,5% para todos os elementos, exceto para o Sn, que apresentou precisão de 10%. Porém, todos apresentaram valores abaixo dos coeficientes de variação máximos calculados de acordo com Horwitz (1982). Assim, o método pode ser considerado preciso. As recuperações no MRC ficaram entre 90% e 110% para todos os elementos, indicando que o método é exato.

A exatidão também foi avaliada pela recuperação dos analitos através da adição de padrão nas amostras de PEAD e de PP ($n=3$) em três níveis de concentração intermediárias (baixa - N1, média - N2 e alta - N3) aos pontos das curvas analíticas, sendo conduzido em dois dias distintos. Os valores médios obtidos para as amostras de PEAD e PP, encontram-se descritos nas Tabelas 2 e 3, respectivamente.

Tabela 2. Resultados obtidos no teste de recuperação para PEAD e PEAD aditivado com estearato de magnésio, avaliados em três níveis de concentração (baixa - N1, média - N2 e alta - N3).

Isótopo	AP em PEAD e PEAD aditivado ($\mu\text{g kg}^{-1}$)			Recuperação (%) ⁽¹⁾					
				PEAD			PEAD + Estearato de Mg		
	N1	N2	N3	N1	N2	N3	N1	N2	N3
⁷ Li	150	500	900	97,2	95,9	94,7	92,2	100,9	98,0
¹¹ B	350	450	900	96,4	104,4	107,9	95,9	106,9	114,1
⁵² Cr	20	80	250	103,1	102,3	103,3	102,3	100,3	103,4
⁵⁵ Mn	150	500	900	102,0	100,7	100,0	100,9	99,1	101,5
⁵⁶ Fe	150	500	900	88,8	101,2	99,2	92,4	102,2	101,7
⁵⁹ Co	20	80	250	97,2	107,9	103,8	101,4	103,5	106,0
⁶³ Cu	20	80	250	102,2	100,5	104,3	92,9	105,4	101,6
⁶⁴ Zn	150	500	900	95,8	94,6	92,5	103,2	97,1	95,2
⁷⁵ As	8	20	50	101,9	108,7	103,0	106,2	103,4	105,3
⁷⁸ Se	8	20	50	96,7	99,6	99,1	90,0	99,1	98,2
¹¹¹ Cd	4	40	150	99,2	96,9	95,4	97,6	101,3	96,7
¹¹⁶ Sn	4	40	150	115,7	112,3	123,1	114,5	111,9	114,1
¹²³ Sb	4	40	150	115,7	128,6	123,4	112,4	114,7	124,3
¹³⁷ Ba	150	500	900	100,3	100,4	98,1	97,9	102,3	101,1
²⁰² Hg	8	20	50	104,7	109,5	113,7	111,1	110,6	114,3
²⁰⁶ Pb	4	40	150	103,7	109,3	102,8	112,6	107,3	105,4

(1) Valores médios de três determinações conduzidas em dois dias distintos

AP: Adição de padrão

Foram obtidas recuperações entre 80% e 120% para a maioria dos elementos, nas três faixas de concentração avaliadas, para os dois tipos de polímeros estudados. Apenas os elementos Sn e Sb apresentaram recuperações acima de 120%, sendo o Sn para os dois polímeros estudados e o Sb para o PEAD.



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013

13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

Tabela 3. Resultados obtidos no teste de recuperação para PP e PP aditivado com estearato de magnésio, avaliados em três níveis de concentração (baixa - N1, média - N2 e alta - N3).

Isótopo	AP em PP e PP aditivado ($\mu\text{g kg}^{-1}$)			Recuperação (%) ⁽¹⁾					
				PP			PP + Estearato de Mg		
	N1	N2	N3	N1	N2	N3	N1	N2	N3
⁷ Li	150	500	900	108,1	105,1	107,6	107,0	110,6	108,5
¹¹ B	350	450	900	95,8	97,2	100,2	107,2	102,5	101,2
⁵² Cr	20	80	250	92,3	96,5	103,3	103,4	102,7	103,6
⁵⁵ Mn	150	500	900	99,7	100,1	100,9	100,7	100,8	102,2
⁵⁶ Fe	150	500	900	114,3	102,9	103,3	102,5	103,6	104,0
⁵⁹ Co	20	80	250	102,4	103,8	104,0	112,7	105,2	106,7
⁶³ Cu	20	80	250	99,00	97,4	102,7	100,8	104,9	105,4
⁶⁴ Zn	150	500	900	81,4	89,0	89,1	87,1	94,2	92,3
⁷⁵ As	8	20	50	91,8	94,4	97,4	95,7	99,6	97,8
⁷⁸ Se	8	20	50	91,0	98,7	100,9	95,4	101,4	102,4
¹¹¹ Cd	4	40	150	105,3	97,8	96,2	103,3	99,6	97,0
¹¹⁶ Sn	4	40	150	94,6	118,6	126,1	87,3	126,8	125,0
¹²³ Sb	4	40	150	96,0	110,5	112,2	81,8	112,4	111,7
¹³⁷ Ba	150	500	900	99,2	99,4	100,0	103,3	103,3	104,2
²⁰² Hg	8	20	50	100,6	106,9	112,5	94,3	103,1	107,4
²⁰⁶ Pb	4	40	150	94,2	93,2	93,6	88,9	94,1	91,4

(1) Valores médios de três determinações conduzidas em dois dias distintos

AP: Adição de padrão

Santos et al (2011) avaliaram as concentrações de Cd, Cr, Hg e Pb em plásticos de resíduos de equipamentos elétricos e equipamentos eletrônicos, compostos por acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), utilizando a técnica de ICP-MS, através do monitoramento de diferentes isótopos dos referidos elementos. Os autores avaliaram duas condições de recuperação de padrão para os isótopos, sendo determinados $100,0 \pm 2,6\%$ e $118,3 \pm 1,3\%$ para ⁵²Cr; $93,3 \pm 2,2\%$ e $108,4 \pm 1,3\%$ para ¹¹¹Cd; $98,9 \pm 20,1\%$ e $97,3 \pm 49,3\%$ para ²⁰²Hg e $97,4 \pm 2,4\%$ e $113,5 \pm 3,1\%$ para ²⁰⁶Pb. Verifica-se que as recuperações médias obtidas no presente estudo foram próximas às obtidas pelos autores para os quatro elementos, apenas o valor médio de recuperação de ²⁰²Hg foi inferior aos obtidos pelos autores, porém dentro das variações por eles determinadas.

Os resultados obtidos para os parâmetros de validação avaliados indicaram que o método mostrou-se adequado para a quantificação de Li, B, Cr, Mn, Fe, Co, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg e Pb, empregando digestão ácida em sistema fechado assistido por micro-ondas para o preparo das amostras e a técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) para a quantificação dos elementos.



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013 13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

4 CONCLUSÃO

O presente estudo permitiu desenvolver e validar método analítico para a determinação do teor total de 16 elementos, comumente utilizados como aditivos em embalagens plásticas, em PEAD e PP com e sem aditivação com estearato de magnésio, empregando a técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Este método também poderá ser aplicado para outros polímeros da família das poliolefinas, permitindo a realização de estudos para monitoramento de contaminantes metálicos em diferentes materiais poliméricos utilizados na fabricação de embalagens plásticas destinadas ao contato com alimentos e bebidas.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPQ, ao INCTAA - Instituto Nacional de Ciências e Tecnologias Analíticas Avançadas e à Agilent Technologies Brasil Ltda.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIPLAST - Associação Brasileira da Indústria do plástico. Perfil 2011. **Indústria brasileira de transformação de material plástico**. 20 p. Disponível em: <http://file.abiplast.org.br/download/perfil_2011_site.pdf>. Acesso em: 28 de junho 2013.

Garcia, E. E. C.; Sarantópoulos, C. I. G. L.; Coltro, L. Materiais plásticos para embalagens rígidas. In: OLIVEIRA, L. M.; QUEIROZ, G. C. (Ed.). **Embalagens plásticas rígidas: principais polímeros e avaliação da qualidade**. Campinas: CETA/ITAL, 2008. cap. 1, p. 15-58.

Giné-Rosias, M. F.; Menegário, A. A.; Bellato, A. C. D. S.; Packer, A. P.; Miranda, C. E. S.; Almeida, C. R. **Espectrometria de massas com fonte de plasma (ICP-MS)**. Piracicaba: CENA, 1999. 118 p. (Série Didática, v.4).

Horwitz, W. Evaluation of analytical methods used for regulation of foods and drugs. **Analytical Chemistry**. v. 54, n. 1, p. 67 A -76 A, 1982.

INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. **DOQCGCRE- 008: orientação sobre validação de métodos analíticos**. Rev. 4. Duque de Caxias, 2011. 20 p.

Krug, Francisco J. **Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba, 2008. 340 p.

Perring, L.; Alonso, M. L.; Andrey, B. B.; Zbinden, P. An evaluation of analytical techniques for determination of lead, cadmium, chromium, and mercury in food-packaging materials. **Fresenius Journal of Analytical Chemistry**, n. 370, n. 1, p. 76-81, 2001.

Santos, M. C.; Nóbrega, J. A; Cadore, S. Determination of Cd, Cr, Hg and Pb in plastics from waste electrical and electronic equipment by inductively coupled plasma mass spectrometry with collision–reaction interface technology. **Journal of Hazardous Materials**, n.190, p. 833–839, 2011.

Sakuraki, H. et al. Digestion of plastic materials for the determination of toxic metals with a microwave oven for household use. **Analytical Sciences**. Chiba, v. 22, p. 225-228, 2006.

Zenebon, O.; Murata, L.T.F.; Pacuet, N. et al. Determinação de metais presentes em corantes e pigmentos utilizados em embalagens para alimentos. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 63, n. 1, p. 56-62, 2004.