

Análise de suspensões de alimentos para a determinação de cromo por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica.

Victor T. R. Souza (IC), Jessee S. Azevedo (PG), Daniel L. G. Borges* (PQ).

Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Química – Laboratório de Espectrometria de Massa e Atômica (LEMA), Florianópolis, SC.

* daniel.borges@ufsc.br

Palavras Chave: Suspensões, Cromo, Alimentos, AAS.

Introdução

A qualidade dos alimentos que são comercializados é assunto de grande importância, o que impulsiona o desenvolvimento de métodos analíticos para controle e monitoramento de diversas substâncias que possam apresentar qualquer toxicidade à saúde humana. Dentro desse contexto, foi desenvolvido um método de análise para a determinação de cromo em alimentos por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica (ET AAS), com as amostras em forma de suspensão.

Na atomização eletrotérmica, um volume discreto da amostra (geralmente 10-50 μL) é transferido para o atomizador e um programa de temperaturas é executado, no qual uma etapa de pirólise promove a remoção do solvente e das substâncias concomitantes antes da atomização. Como a amostra não depende de transporte até o atomizador, a ET AAS torna possível a análise de amostras preparadas na forma de suspensão¹.

Uma suspensão, no contexto da química analítica, é definida como um sólido particulado finamente disperso em um meio líquido, de forma a estar completamente ou parcialmente insolúvel. A utilização de suspensões diminui o número de etapas no preparo das amostras, pois o controle da concentração é feito no momento da pesagem da amostra, assim como a digestão do analito se faz desnecessária, o que reduz o uso de reagentes corrosivos e o tempo de preparo^{2,3}.

Resultados e Discussão

As amostras foram preparadas a partir da adição de alíquotas contendo entre 80 e 500 mg de cada amostra pulverizada em água e HNO_3 bidestilado, sendo submetidas a banho de ultra som por 30 minutos. A concentração de HNO_3 nas suspensões e as temperaturas de pirólise e de atomização foram otimizadas através de um estudo de lixiviação. Curvas de pirólise e atomização foram também construídas, considerando as suspensões e o padrão aquoso. Foi observado, para o cromo, que independentemente da matriz da amostra é possível utilizar o mesmo programa de temperaturas, pois a alta temperatura de pirólise (1000°C) garante a eliminação de grande parte dos concomitantes, uma vez que a matriz é predominantemente orgânica. A

temperatura de atomização de 2600°C foi selecionada, e o uso de modificadores químicos mostrou-se desnecessário, simplificando o processo. O corretor de fundo do instrumento (lâmpada de arco de deutério) foi também desativado, pois pode-se usar temperaturas elevadas de pirólise, o que reduz significativamente a quantidade de matriz das amostras presente no forno durante a atomização, e como consequência, o fundo espectral torna-se negligenciável, além de que a emissão da lâmpada de deutério em 357,6 nm é pouco intensa, e o uso de corretor contribui para o nível de ruído do sinal. As determinações foram realizadas com calibração com padrões aquosos, e boa concordância com os valores certificados foram obtidos para duas amostras de referência (ovo em pó e farinha de milho). Amostras adquiridas no comércio, incluindo farinha de trigo, chocolate em pó e leite em pó foram também analisadas, utilizando o procedimento analítico otimizado. Limite de detecção de 0,004 $\mu\text{g g}^{-1}$ foi obtido, com boa precisão.

Conclusões

Com os dados obtidos nas otimizações é possível concluir que é desnecessária a utilização da plataforma de L'vov no forno e de modificadores químicos, considerando a alta estabilidade térmica do elemento. De modo geral, é possível concluir que o método é eficiente, tendo se mostrado bastante simples, rápido e com boa precisão e exatidão.

Agradecimentos

CNPq, FAPESC.

¹ WELZ, B.; SPERLING, M. *Atomic Absorption Spectrometry*. 3. ed. Weinheim: Wiley-vch, 1999.

² AMORIM, F. R., FRANCO, M. B., NASCENTES, C. C., SILVA, J. B. B., *Direct Determination of Molybdenum in Milk and Infant Food Samples Using Slurry Sampling and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry*, Food Anal. Methods, v. 4, p. 41-48, 2011.

³ DOBROWOLSKI, R., *Determination of Ni and Cr in soils by slurry graphite furnace atomic absorption spectrometry*, Spectrochim. Acta Part B, v. 51, p. 221-227, 1996.