

Desenvolvimento de método para determinação de Pb em leite empregando pré-concentração por ponto nuvem e TXRF.

Christiane Romanelli Rocha^{1,2} (PG), Clésia Cristina Nascentes^{1*} (PQ), Leticia Malta Costa¹ (PQ)

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG.

²Laboratório Nacional de Agropecuária, Pedro Leopoldo, MG

Palavras Chave: leite, chumbo, extração por ponto nuvem, TXRF, otimização multivariada

Introdução

O chumbo é um contaminante no leite e a legislação estabelece um limite máximo de 20 µg/kg deste metal no leite bovino [1]. A determinação de baixas concentrações de analitos em matrizes complexas é um desafio analítico e requer métodos com elevada sensibilidade e seletividade. A espectrometria de fluorescência de raios X por reflexão total (TXRF) é uma técnica que tem-se destacado devido às vantagens: análise de pequenas quantidades de amostras (µL ou mg), baixos limites de detecção, tempo relativamente curto de análise (100 – 1000 s) e baixo custo de operação [2]. Essa técnica aliada à procedimentos de pré-concentração apresenta ainda mais aplicações, com a possibilidade de determinação de elementos traço. Assim, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método para determinação de Pb em leite cru empregando a pré-concentração por ponto nuvem, uma estratégia bem consolidada, aliada à técnica TXRF.

Resultados e Discussão

Para otimização do método, amostras de leite cru foram fortificadas com 100 µg/L de Pb e digeridas em forno de micro-ondas de acordo com o procedimento: 2,5 mL de leite + 2,5 mL de HNO₃ 50% v/v + 1,0 mL de H₂O₂ 30% m/v, sendo a mistura aquecida por 35 min à 1280 W. O digerido foi avolumado para 10,0 mL. Um planejamento composto central 2² foi empregado para otimizar a pré-concentração, sendo avaliados os volumes do complexante DDTP 2% m/v (variando de 0,28 a 1,13 mL) e do tensoativo TX-114 5% m/v (variando de 0,15 a 0,85 mL). O volume de amostra (10,0 mL) e o pH (2,0) foram fixados em todos os experimentos. Após a pré-concentração, adicionava-se o padrão interno (Y, 10 mg/L) à fase rica e diluía-se para 1,0 mL com etanol. Essa mistura foi homogeneizada e um volume de 10 µL foi depositado no disco de quartzo, previamente tratado com silicone em isopropanol. A amostra foi então seca em sistema de vácuo e analisada por TXRF com tubo de Mo. O método foi validado nas condições otimizadas.

As duas variáveis otimizadas foram significativas, afetando a eficiência da pré-concentração de Pb. Através da superfície de resposta, verificou-se que as condições ótimas foram 1,0 mL de DDTP 2% m/v e 0,75 mL de TX-114 5% m/v. Para avaliação da veracidade e precisão do método, fortificou-se alíquotas de uma amostras de leite cru com 20; 50 e 100 µg/L de Pb. Essas amostras foram digeridas, pré-concentradas e analisadas por TXRF, de acordo com os procedimentos já descritos. A recuperação variou de 89,8 a 103 % e o desvio padrão relativo (DPR) variou de 7 a 10% (Tabela 1), sendo que tanto veracidade quanto precisão foram satisfatórias. Na concentração de 20 µg/L, limite máximo estabelecido pelo CODEX e ANVISA para Pb em leite, obteve-se recuperação de 103% e precisão de 7,0%. O limite de detecção do método foi de 2,0 ± 0,3 µg/L e o fator de pré-concentração estimado foi de 5 vezes.

Tabela 1. Recuperação e desvio padrão relativo do método desenvolvido para quantificação de Pb em leite (n = 4).

Conc. adicionada (µg/L)	Conc. obtida (µg/L)	Recup. (%)	DPR (%)
20	20,6 ± 1,4	103	7,0
50	44,9 ± 4,5	89,8	10
100	92,0 ± 7,8	92,0	8,5

Conclusões

O método proposto é simples e apresenta limite de detecção, veracidade e precisão adequados para determinação de Pb em leite cru, pois atende ao limite estabelecido pelo CODEX STAN 193-1995, 2010 e ANVISA, podendo ser implementado em laboratórios de controle de qualidade de leite.

Agradecimentos

FAPEMIG, CNPq e CAPES

¹ CODEX STAN 193-1995. Codex general standard for contaminants and toxins in food and feed. 2010. 41 p.

² Marguí, E.; Zawisza, B. e Sitko, R. *TrAC - Trends Anal. Chem.*, 2014, 53, 73.