

Determinação rápida de Cd em peixes por GFAAS usando solubilização alcalina e otimização multivariada

Lidiane Margarida de Oliveira Neto de Almeida¹ (PQ), Leonel da Silva Teixeira² (PQ), Flávia Regina de Amorim² (PQ)*. amorim@deii.cefetmg.br

¹ GMO Centro de Pesquisas e Controle de Qualidade. Rua Belmiro de Almeida, 98 - Belo Horizonte, Minas Gerais.

² CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS, CEFET-MG. Av. Amazonas, 5253 - Belo Horizonte, Minas Gerais.

Palavras Chaves: GFAAS, cádmio, peixes, otimização multivariada, solubilização alcalina.

Introdução

A ocorrência de cádmio em organismos aquáticos apresenta-se em níveis de traços, porém os efeitos tóxicos e cumulativos deste elemento elevam a importância do monitoramento de seus teores em alimentos. O limite máximo estabelecido para a concentração de Cd em peixes é de 100 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para peixe de captura e 50 $\mu\text{g kg}^{-1}$ para peixe de cultivo¹. A espectrometria de absorção atômica por forno de grafite (GFAAS) é uma técnica que possui a sensibilidade adequada para a quantificação dos níveis requeridos. A possibilidade de inserção da amostra preparada por tratamentos mais simplificados também constitui um atrativo desta técnica, com o uso de hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) na etapa de solubilização, com a minimização de tempo, perdas do analito e contaminações. A determinação das melhores condições de análise podem ser definidas por otimização multivariada, ferramenta estatística que permite uma avaliação de condições analíticas com menor número de experimentos e maior eficiência na obtenção de maior sensibilidade do método.

Resultados e Discussão

O procedimento de preparo das amostras constituiu-se na solubilização de 0,3 g de filé de peixe triturado em 4,0 mL TMAH 25 % v/v a 60°C por 1 hora em banho-maria e o volume final foi aferido para 50,0 mL com água ultra-pura. Foi avaliado o sinal de absorção de Cd para verificação da necessidade do uso de modificador químico. A melhor condição obtida foi o uso de tubo grafite sem modificador com co-injeção de 5 μL de HNO_3 0,2 % v/v. Um planejamento composto central (CCD) foi empregado para a otimização das condições de determinação por GFAAS. Na Figura 1 é apresentada a superfície de resposta obtida na avaliação das temperaturas de pirólise (400°C) e atomização (1650°C).

Os resultados dos testes estatísticos podem ser visualizados na tabela 1.

Conclusões

O método desenvolvido apresenta características analíticas adequadas, constituindo-se uma alternativa econômica e limpa, em relação aos métodos que empregam a digestão ácida.

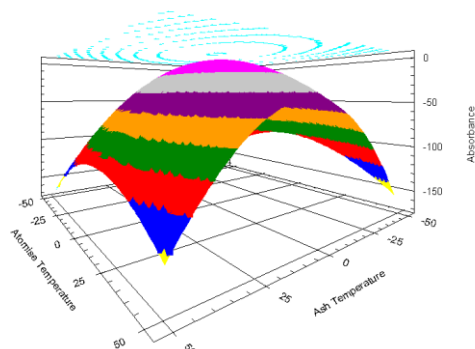


Figura 1. Superfície de resposta obtida pelo CCD. Os valores estão codificados.

Tabela 1. Parâmetros de desempenho do método analítico otimizado.

Parâmetros	Resultados
Faixa linear ($\mu\text{g L}^{-1}$)	0,3 – 8,0
Faixa linear (mg kg^{-1})	0,06 – 1,6
Limite de detecção (mg kg^{-1})	0,025
Limite de quantificação (mg kg^{-1})	0,060
Recuperação (adições de 1 a 7 $\mu\text{g L}^{-1}$) (%)	82 a 102
Precisão, CV* (%)	6
Especificidade**	Adequada
Método de calibração	Calibração externa***

* Coeficiente de variação, n = 5. **Avaliada por comparação de diferentes tipos de calibração (efeito de matriz). ***Solvente: água ultrapura.

Agradecimentos

Ao GMO Centro de Pesquisas e Controle de Qualidade pelo apoio técnico e financeiro.

¹ Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. INSTRUÇÃO NORMATIVA SDA Nº. 11, de 07 de maio de 2014. Disponível em <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/CRC/IN%2011%20-%20PNCRB%202014.pdf>. Data de acesso: 03 de janeiro de 2014.