

# Sistema de injeção em fluxo para a determinação direta de cálcio em leite por espectrometria de absorção atômica

Marielsa Businaro Petrovich<sup>1\*</sup> (PG), Volnei Resta Amorim Filho<sup>1</sup> (PG) José Anchieta Gomes Neto<sup>1</sup> (PQ).  
 \*m.businaro @uol.com.br

<sup>1</sup> Universidade Estadual Paulista, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, CP 355, 14801-970 Araraquara SP, Brasil

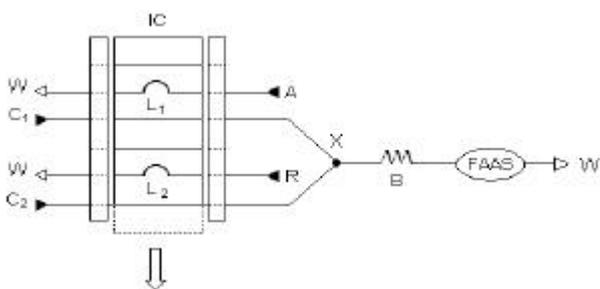
Palavras Chave: cálcio, leite, preparo de amostra, análise por injeção em fluxo, FAAS.

## Introdução

Cálcio é um nutriente essencial para o desenvolvimento e manutenção da saúde óssea. Das técnicas analíticas mais empregadas para a determinação de cálcio estão a espectrometria de absorção atômica, a espectrometria de emissão atômica (em chama ou plasma), a volumetria e a potenciometria. Independentemente da técnica utilizada, a maioria dos métodos recomenda algum pré-tratamento da amostra, seja digestão via úmida, calcinação, ou mesmo a remoção de proteínas via precipitação com ácido tricloroacético. O objetivo deste trabalho é propor um método simples, rápido e confiável para a determinação de Ca em leite empregando sistema de injeção em fluxo<sup>1</sup> (FIA) e o preparo mínimo da amostra.

## Resultados e Discussão

O diagrama representado na Fig. 1 foi planejado para injetar simultaneamente amostra e lantânio no sistema de fluxos. Na posição de amostragem, a amostra de leite simplesmente diluída em água (0,1: 250 v/v) preenche a alça de amostragem L<sub>1</sub>; enquanto a alça L<sub>2</sub> é preenchida com lantânio. Mediante comutação, L<sub>1</sub> e L<sub>2</sub> são inseridos nos canais C<sub>1</sub> e C<sub>2</sub> permitindo assim a mistura entre eles no confluente x. A absorbância transiente é proporcional ao teor de cálcio na amostra.



**Figura 1.** Diagrama de fluxos para determinação de cálcio em leite. IC: injetor / comutador; L<sub>1</sub>: alça de amostragem da amostra ou solução analítica (250 µL); L<sub>2</sub>: alça de amostragem do modificador (250 µL); A: amostra ou solução analítica; R: modificador [2,5% (m/v) La]; C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>: solução transportadora [1% (v/v) HNO<sub>3</sub>]; B: bobina de mistura ou reação (20 cm); X: ponto de confluência; FAAS: espectrômetro de absorção atômica em chama (422,7nm); W: descarte.

O sistema FIA foi aplicado à análise (n = 3) de 5 amostras comerciais de leite e de 2 materiais de referência do *National Institute of Standards and Technology*. As amostras foram também analisadas após digestão em forno de microondas (Tabela 1)

**Tabela 1.** Resultados comparativos.

Amostra	FIA	Digestão
1	1200 ± 65	1325 ± 85
2	1173 ± 64	1305 ± 83
3	1159 ± 61	1246 ± 80
4	1216 ± 66	1130 ± 72
5	1154 ± 63	1169 ± 75
SRM1 <sup>a</sup>	9166 ± 494	9603 ± 614
SRM2 <sup>b</sup>	12884 ± 208	12262 ± 785

<sup>a</sup> SRM 8435 (9220±490 mg Kg<sup>-1</sup>);

<sup>b</sup> SRM 1549 (13000±500 mg Kg<sup>-1</sup>)

Resultados precisos (r.s.d. < 2%) foram obtidos. A velocidade analítica foi equivalente a 150 determinações por hora (1,0 – 5,0 mg L<sup>-1</sup> Ca; r<sup>2</sup>= 0,9986) consumindo cerca de 250 µL de amostra e 6,25 mg de La por determinação.

## Conclusões

O método proposto é simples, eficiente e de baixo custo relativo para a determinação de cálcio em leite. Apresenta vantagens como o menor consumo do modificador La, portanto sendo economicamente interessante, além de minimizar os resíduos químicos gerados no laboratório.

## Agradecimentos

Ao CNPq pelas bolsas de J.A.G.N.; à CAPES pelas bolsas de M.B.P e V.R.A.F.

<sup>1</sup> RUZICKA, J.; HANSEN, E. H. Flow injection analysis. New York: Wiley Interscience, 1994. 498 p. .