

Planejamento Fatorial e CCD aplicados no desenvolvimento de método para determinação de cádmio em batatas por GFAAS sem digestão de amostra

*Reginaldo Ferreira de Oliveira¹ (PG), Waldomiro Borges Neto² (PQ), José Bento Borba da Silva¹ (PQ), Cláudia Carvalhinho Windmüller (PQ)¹ regifull@ufmg.br

¹Instituto de Ciências Exatas - Departamento de Química - UF MG, ²Instituto de Química - UFU

Palavras Chave: GFAAS, Cádmio, Batata, Planejamento fatorial, CCD, análise-direta

Introdução

O ano de 2008 foi declarado pela ONU como ano da batata. Tal anúncio pretendeu chamar a atenção para a função estratégica que a batata, "gênero básico da dieta da população mundial", desempenha como alimento nutritivo, barato e saudável, papel cada vez mais importante com o aumento expressivo da população mundial [1].

Devido à alta sensibilidade, um dos principais métodos de determinação de cádmio [2] é a absorção atômica com forno de grafite (GF-AAS), empregando modificadores permanentes que, além de melhorar o limite de detecção, minimizam problemas de interferências. Além disso, o emprego dessa técnica é favorecido em relação a outras, uma vez que a amostra pode ser injetada diretamente, sem a digestão ou preparo dispendiosos [3].

O objetivo deste trabalho é a proposição de um método aplicável à determinação da concentração Cd em batata, coletadas na região do Quadrilátero Ferrífero, em Minas Gerais, sendo a matriz submetida à análise em suspensão, sem a digestão da amostra. Ou seja, o preparo da amostra consistiu em liofilização da batata, moagem criogênica, pesagem de 40 mg dessa amostra no próprio vial do amostrador automático e adição de 2,0 mL de diluente (HNO₃ 5% e H₂O₂ 3%). A suspensão teve sua homogeneidade mantida através de aerador de aquário. Um método eficaz, simples e pouco dispendioso.

Resultados e Discussão

A metodologia empregada seguiu três etapas: triagem do melhor modificador permanente; otimização das condições de pirólise e atomização; e a validação do método. Inicialmente, foram adotadas as temperaturas de pirólise e atomização recomendadas pelo fabricante e estudados os dois modificadores permanentes que proporcionavam mais altos sinais de absorvância (pico integrado). Em seguida, foi montado um planejamento fatorial de 2³, em que as variáveis estão apresentadas na tabela 1. Após um estudo dos resultados obtidos foi então feito um planejamento composto central, a partir do qual se chegou a uma superfície de resposta que indicou as melhores temperaturas de pirólise e atomização, que foram 940°C e 1.820°C, respectivamente.

Tabela 1. Planejamento Fatorial 2³

Fatores	(-)	(+)	recomendadas
Atomização	1600	2100	1650
Pirólise	800	1200	850
Modificador	Zr	Ti	-

A faixa linear foi 0-5,0 g L⁻¹. Os limites de quantificação (LOQ) e de detecção (LOD) foram 30,9 ng g⁻¹ e 9,3 ng g⁻¹, respectivamente, valores abaixo daqueles apresentados pelo Codex Alimentarius (100 ng g⁻¹).

Tabela 2. Resultados obtidos (valores em ng g⁻¹)

Amostra	Teor de Cd	Amostra	Teor de Cd
B1	23,4±2,1	B4	9,6±1,1
B2	82,5±3,5	B5	15,0±3,7
B3	27,4±4,7	B6	31,4±2,8

A validação foi efetuada por ensaios de recuperação, em que 15 replicatas da mesma amostra foram contaminadas em três níveis (0,75, 2,0 e 4,0 g.L⁻¹) e as leituras feitas em triplicata. Esse processo foi igualmente repetido em outros dois dias, na mesma semana, calculando-se assim também o coeficiente de variação para precisão intra e inter-ensaio. A recuperação foi de (100,0 ± 3,5)% para 0,75 g.L⁻¹; (104,5 ± 3,2)% para 2,0 g.L⁻¹; e (101,7 ± 4,9)% para 4,0 g.L⁻¹. Os estudos intra e inter-ensaio apresentaram coeficientes de variação de 6,67 ± 1,07 e 6,29 ± 0,43, respectivamente (aceitável até 15 %) [4].

Conclusões

Com os resultados obtidos pode-se concluir que o método proposto apresenta uma boa reprodutibilidade e boa exatidão. Os valores de Cd encontrados para as amostras analisadas foram inferiores ao limite fixado pelo CODEX Alimentarius.

Agradecimentos

CNPq, FAPEMIG (PRONEX ECT 479/07)

¹ WHO - World Health Organization - International Year of Potato. <http://www.potato2008.org/en/index.html>

² Bobrowska-Grzesik, E. and Jakobik-Kolon, A. *J. Food Composition and Analysis*, **2008** (21), 326-331.

³ Pereira, L. A., Amorim, I., Silva, J. B. B. *Talanta*, **2006**, 68, 771-775

⁴ EPA - Guidance for Methods Development and Methods Validation for the RCRA Program SW-846 Methods. **1992**