

Desenvolvimento de Método Analítico Limpo para Análise de Nitrito por Espectroscopia de Reflectância Difusa

Vitor Hugo Marques Luiz^{*} (IC), Ângela Pinheiro Martins (IC), Leonardo Pezza (PQ), Helena Redigolo Pezza (PQ).

UNESP - Instituto de Química – Rua Francisco Degni, s/n, bairro Quitandinha, CEP 14800-900, Araraquara – SP
^{*}e-mail: vitorhmluiz@hotmail.com

Palavras Chave: Espectroscopia, nitrito, água, salsicha.

Introdução

O nitrito (NO_2^-) é um íon presente em vários tipos de amostras alimentares, industriais, biológicas e ambientais. Sua determinação é de extrema importância e seu teor está sendo controlado em diversos países pois várias questões quanto à sua toxicidade tem sido levantadas. Dessa forma, um método rápido, simples, de baixo custo e que envolva baixo consumo de reagentes por espectroscopia de reflectância difusa tem sido desenvolvido para a determinação quantitativa de nitrito em matrizes diversas. O método é baseado na reação de nitrito com o reagente cromogênico dapsona (DAP) na presença de ácido clorídrico (HCl) e naftiletilenodiamina (NED). A reação envolve a formação de um produto colorido ($A_r = 545 \text{ nm}$) baseado na reação de Griess, com substituição da sulfanilamida por dapsona, reagente menos tóxico ao operador e ao meio ambiente, em consonância com os princípios da Química Verde.

Resultados e Discussão

Utilizando planejamento fatorial, determinou-se as concentrações ótimas de HCl e Dapsona. As melhores respostas para reflectância foram obtidas com DAP $2,35 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ e HCl $0,60 \text{ mol.L}^{-1}$. Construiu-se então uma curva analítica de A_r versus $\log([\text{NO}_2^-] \cdot 10^6)$ (mol L^{-1}) representada por uma reta cuja equação é: $A_r = 0,09053 \times \log([\text{NO}_2^-] \cdot 10^6) - 0,05424$, com $R = 0,994$.

O Limite de Detecção (LD) e o Limite de Quantificação (LQ) foram, respectivamente, $1,53 \times 10^{-6} \text{ mol.L}^{-1}$ (0,070 ppm) e $4,10 \times 10^{-6} \text{ mol.L}^{-1}$ (0,190 ppm). O método foi aplicado para a determinação de nitrito em águas naturais e salsichas de diferentes marcas, usando o método de adição de padrão na análise das amostras.

Tabela 1: Determinação de nitrito em amostras de águas naturais.

	Método Oficial(ppm)	Método Proposto(ppm)	Teste t ^a (4,30)
Rio	0,53	0,60	1,76
Mina	0,62	0,50	1,57
Represa	0,48	0,50	0,78

^a: Valores críticos de t ao nível de Confiança de 95%.

^{*} As amostras de água tiveram adição de 0,5 ppm de nitrito.

33^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 2: Determinação de nitrito em amostras de salsichas.

Marca	Método Oficial ^a	Método Proposto ^a	Teste t ^b (4,30)
A	0,0023	0,0017	3,78
B	0,0016	0,0013	4,09
C	0,0038	0,0029	3,27

^a: Determinação expressa em $\text{g}(\text{NaNO}_2)/100\text{g}$ de salsicha;

^b: Valores críticos de t ao nível de Confiança de 95%.

Conclusões

O método proposto foi validado através da comparação do mesmo com o método oficial para águas naturais, descrito pela STANDARD Methods for the Examination of Water and Wastewater e para salsichas, descrito pelo AOAC International. Os resultados obtidos para cada um dos métodos foram comparados estatisticamente através do teste t de Student e os seus valores mostraram que não há diferença significativa entre eles.

Pode-se concluir que o método proposto é rápido, simples, exato, sensível e seletivo, apresentando baixo consumo de reagentes e geração de resíduos. O método mostrou-se bastante eficaz, podendo ser utilizado para análise rotineira para a presença de nitrito.

Agradecimentos

CNPq/MAPA/SDA Edital 64/2008

¹ STANDARD Methods for the Examination of Water and Wastewater. Colorimetric Method 4500 - B, 21st ed. New York: American Public Health Association **2005**, p. 4-118 - 4-119.

² ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of AOAC International. 16th ed. Arlington, **1995**. p. 8. 973.31.