

Determinação simultânea de As, Cd, Pb e Se em amostras de farinha de mandioca utilizando W + Rh como modificador químico permanente por GF AAS

Elecy Moreno Costa^{1*} (PG), Pedro Vitoriano Oliveira² (PQ), Maria das Graças Andrade Korn¹ (PQ) e Sérgio Luis Costa Ferreira¹ (PQ) *ycele_ba@yahoo.com.br

¹ Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Campus Universitário de Ondina, Universidade Federal da Bahia, 40170-290 Salvador – BA

² Instituto de Química, Universidade de São Paulo, CP 26077, 05508-000 São Paulo-SP

Palavras Chave: farinha de mandioca, modificador permanente, As, Cd, Pb, Se

Introdução

A farinha de mandioca é um alimento rico em carboidratos e fibras, fazendo parte da alimentação diária de muitos brasileiros, em destaque, as regiões Norte e Nordeste do país¹. Nesse trabalho é proposto um método para a determinação simultânea de As, Cd, Pb e Se em amostras de farinha de mandioca por espectrometria de absorção atômica com atomização por forno de grafite (SIMAAS 6000). O equipamento utilizado possui corretor de fundo baseado no efeito Zeeman longitudinal, tubo de grafite com aquecimento transversal, policromador de Echelle e um arranjo de 60 fotodiodos como detector de simultâneo. O uso de modificador químico permanente (250 µg W + 200 µg Rh) permitiu aumentar o tempo de vida do tubo de grafite, estabilizar termicamente os analitos, diminuir o limite de detecção e reduzir o tempo total do programa de aquecimento².

Resultados e Discussão

As amostras foram adquiridas em diferentes cidades do Estado da Bahia: Entre Rios (ER), Oliveira (O), Tancredo Neves (TN), Santo Antônio de Jesus (SAJ), Lorian (LO) e Murutuba (MU), sendo submetidas à digestão ácida em forno de micro-ondas com frasco fechado, modelo Multiwave 3000, Anton Paar. Massas de aproximadamente 0,5 g de amostra foram misturadas com 3,5 mL HNO₃ + 3,5 mL H₂O + 1 mL H₂O₂, usando o seguinte programa de aquecimento (temperatura/°C, rampa/min, patamar/min): Etapa 1 (90, 4, 2) e Etapa 2 (180, 2, 10). O tubo de grafite foi modificado de acordo com procedimento previamente descrito na literatura³. A otimização do programa de aquecimento foi baseada nas variações das temperaturas de pirólise e atomização e tempo de duração dessas etapas. O programa de aquecimento está descrito na Tabela 1. Os valores dos limites de quantificação (LQ) foram estimados como sendo 3xLD, sendo LD=3δ_B/m (δ=desvio padrão de 10 medidas do branco, m=coeficiente angular da curva de calibração). Os valores calculados foram 0,126 mg/Kg As; 0,003 mg/Kg Cd; 0,03 mg/Kg Pb e 0,084 mg/Kg Se. Os valores das concentrações de As, Cd, Pb e Se em mg/Kg para as amostras analisadas estão apresentados na Tabela 2. Alíquotas do maior padrão foram adicionadas a estas amostras e obtiveram as seguintes recuperações: As (71 a 95%), Cd (100 a 120%), Pb (94 a 131%) e Se (74 a 93%).

Tabela 1. Programa de aquecimento para a determinação simultânea de As, Cd, Pb e Se por SIMAAS 6000.

Etapa	T (°C)	Rampa (s)	Patamar (s)	Ar (mL min ⁻¹)
Secagem I	110	10	5	250
Secagem II	130	10	10	250
Pirólise	650	10	15	250
Atomização	2200	0	4	0
Limpeza	2200	1	4	250

Tabela 2. Concentração de As, Cd, Pb e Se em amostras de farinha de mandioca em mg/kg

Amostra	As	Cd	Pb	Se
ER	< LQ	< LQ	0,089±0,003	< LQ
O	< LQ	0,03±0,01	0,158±0,003	< LQ
TN	< LQ	< LQ	0,326±0,006	< LQ
SAJ	< LQ	< LQ	0,029±0,006	< LQ
L	< LQ	< LQ	0,288±0,005	< LQ
MU	< LQ	< LQ	0,170±0,01	< LQ

Analisando os resultados da Tabela 2, verifica-se que em todas as amostras as concentrações de As e Se foram menores que o LQ. Concentrações de Cd abaixo do LQ foram encontradas para todas as amostras, exceto para a amostra adquirida em Oliveira. As concentrações de Pb variaram de 0,029 a 0,326 mg/Kg para as amostras avaliadas. Porém, as concentrações encontradas estão abaixo do valor estabelecido pela Legislação Brasileira para alimentos em geral, que é de 1 mg/kg para Cd e 0,8 mg/Kg de Pb⁴.

Conclusões

Pode-se concluir que a determinação simultânea de As, Cd, Pb e Se em amostras de farinha de mandioca foi possível por SIMAAS com modificador permanente W + Rh. Os resultados encontrados estão de acordo com o limite máximo de Cd e Pb permitido pelo Ministério da Saúde em alimentos.

Agradecimentos

FAPESB, CNPq, CAPES, IQ/UFBA e IQ/USP

¹ Dias, L.T. e Leonel, *Ciência e Agrotecnologia*. **2006**, 30, 692.

² Nomura, C. S.; Correia, P. R. M.; Oliveira, P. V. e Oliveira E. J. *Braz. Chem. Soc.* **2004**, 15, 75.

³ Lima, E.C.; Krug, F. J. e Jackson, K. W. *Spectrochimica Acta Part B*. **1998**, 53, 1791.

⁴ Brasil, Leis, etc. Portaria nº 16 de 13 de Março de 1990, *Diário Oficial da união*, Brasília, **1990**, Seção I, 5436.