

Espectrometria de Emissão em Chama Baseada em Imagens Digitais: Determinação Simultânea de Na⁺ e Ca²⁺ em Amostras de Leite em Pó

Wellington S. Lyra^{1*} (PG), Francisco A. S. Cunha¹ (PG), Paulo H. G. D. Diniz¹ (PG), Edvan C. da Silva¹ (PQ), Mario César U. de Araújo¹ (PQ), Valdomiro L. Martins² (PQ) e Luciano F. de Almeida¹ (PQ)

spectru@gmail.com

¹Universidade Federal da Paraíba – João Pessoa/PB

²Universidade Federal do Amazonas – Itacoatiara/AM

Palavras Chave: Sódio, Cálcio, Imagens Digitais, DIB-FES, MLR, PLS.

Introdução

Um método denominado Espectrometria de Emissão em Chama Baseada em Imagens Digitais (DIB-FES) [1] foi, recentemente, proposto para a determinação de Li⁺, Na⁺ e Ca²⁺ em antidepressivo, soro fisiológico e águas. No presente trabalho, propõe-se uma adaptação do método DIB-FES, em associação com calibração multivariada baseada em MLR e PLS, para determinação simultânea de Na⁺ e Ca²⁺ em amostras de leite em pó. O objetivo principal foi resolver o problema da interferência espectral devido à radiação emitida pelo CaOH sobre o sinal de emissão do sódio.

Material e Métodos

Na Fig. 1 são mostrados uma fotografia e um desenho esquemático do sistema DIB-FES usado no trabalho [1].

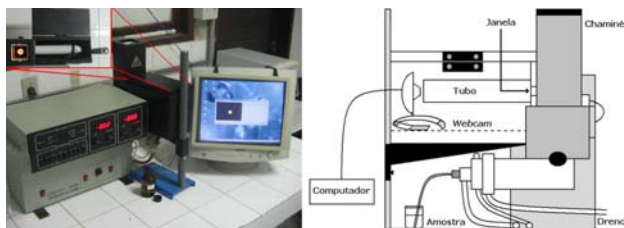


Figura 1. Fotografia e desenho esquemático do sistema DIB-FES analítico.

Os conjuntos de dados usado no tratamento MLR e PLS são: a Matriz **X** – valores dos componentes R, G e B associados às imagens digitais das misturas. Matriz **Y**: as concentrações de Na e Ca.

Preparação das misturas: com adição de solução tampão (NH₄)₄EDTA/NH₄OH pH = 10,0 nas misturas e amostras de acordo com três planejamentos fatoriais completos: Calibração: (5²), validação (4²) e previsão (3²) com concentrações variando entre 0,28 e 2,52 mg L⁻¹ para sódio e entre 2,00 e 18,0 mg L⁻¹ para cálcio.

Procedimento Analítico: entre 0,04 e 0,05 g de amostra foi aquecida suavemente em um bico de Bunsen, seguida de calcinação a 550 °C por 4 horas. Em seguida, o resíduo foi dissolvido em 1 mL de HNO₃ concentrado e adicionado 10 mL do tampão e aferição a 100 mL com água deionizada.

Resultados e Discussão

Na Tabela 1 são apresentados os resultados das análises.

Tabela 1. Média dos resultados obtidos (em mg g⁻¹) das amostras de leite em pó (n = 3).

Na	MLR	R(%) ^a	PLS ^b	R(%) ^a	Referência ^c
(1)	27,93	100,60	28,73	100,00	28,10 ± 0,61
(2)	28,07	98,81	27,33	99,40	27,91 ± 0,67
(3)	27,00	101,19	27,87	101,19	26,26 ± 0,64
(4)	28,93	101,79	27,93	98,21	28,61 ± 0,56
(5)	28,00	98,21	28,67	102,38	28,20 ± 0,62
(6)	28,20	102,38	27,20	98,81	27,79 ± 0,60
(7)	27,07	99,40	28,00	97,62	27,32 ± 0,63
(8)	28,53	97,62	27,87	103,57	28,31 ± 0,54
RMSEP	0,26	-	0,57	-	-
Ca					
(1)	201,7	99,33	200,4	100,08	201,0 ± 0,9
(2)	198,3	101,25	199,7	98,83	199,0 ± 1,0
(3)	199,1	97,58	197,9	101,50	198,7 ± 0,8
(4)	200,1	102,17	201,5	97,50	200,9 ± 0,6
(5)	200,0	98,92	198,4	102,25	199,3 ± 0,7
(6)	200,1	103,08	201,5	99,08	200,7 ± 0,9
(7)	199,8	100,00	198,7	103,42	199,3 ± 1,0
(8)	201,4	101,42	202,3	100,17	201,7 ± 1,0
RMSEP	0,6	-	0,7	-	-

^a Percentagem de recuperação.

^b modelo construído utilizando dois fatores ou variáveis latentes.

^c AAS (λ_{Na} = 589,0 nm e λ_{Ca} = 422,7 nm) com adição de K⁺ e Sr²⁺.

Os modelos de calibração forneceram resultados com precisão maior que o método de referência. Os resultados não apresentam diferenças sistemáticas estatisticamente significativas ao aplicar o teste-t emparelhado ao nível de confiança de 95%. Os resultados também apresentam exatidão satisfatória como revelado pelas altas percentagens de recuperação para ambos os metais.

Conclusões

O método DIB-FES, adaptado para calibração PLS e MLR, possibilitou a determinação simultânea de Na⁺ e Ca²⁺ em leite, de maneira simples, econômica e com boas figuras de mérito.

Agradecimentos

UFPB, CNPQ e CAPES

¹ Lyra, W. S. et al.. *Talanta*. 2009, 77, 1584.