

Avaliação da eficiência de digestão com ácido diluído para determinação de contaminantes inorgânicos em tomate por ICP-MS

Fernanda C. Bressy (PG)*, Geysa B. Brito (PG), Isa S. Barbosa (TC), Maria das Graças A. Korn (PQ)
*fernandan.costa@hotmail.com

Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Núcleo de Química Analítica, Ondina, Salvador, Ba.

Palavras Chave: tomate, digestão, ICP-MS

Introdução

O tomate tem ocupado lugar de destaque na mesa do consumidor, o que tornou crescente o interesse pela evolução da cultura. O monitoramento de contaminantes inorgânicos e elementos essenciais em hortaliças é de considerável relevância, frente à necessidade de utilização de insumos agroquímicos para o desenvolvimento da cultura em larga escala. Assim o desenvolvimento de procedimentos analíticos adequados para determinação destes contaminantes é de fundamental importância.

Este trabalho visa estabelecer um procedimento analítico para quantificação de contaminantes inorgânicos por ICP-MS, após digestão em forno de micro-ondas, em amostras de tomate da espécie caqui, comercializados em Salvador, Bahia.

Resultados e Discussão

Para a decomposição de cerca de 300 mg das amostras foram investigados três procedimentos de digestão sendo: (P1) 7,0 mL de HNO₃ 65% m/m destilado e 1,0 mL de H₂O₂ 30% v/v; (P2) 3,5 mL de HNO₃ 65% m/m destilado, 3,5 mL de H₂O ultra-pura e 1,0 mL de H₂O₂ 30 % v/v; e (P3) 2,0 mL de HNO₃ 65% m/m destilado, 5,0 mL de H₂O ultra-pura e 1,0 mL de H₂O₂ 30 % v/v. As amostras foram digeridas, em triplicata, empregando forno de micro-ondas com cavidade (Ethos Ez, Milestone, Itália) segundo o programa descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Programa de aquecimento para os procedimentos de digestão em forno de micro-ondas com cavidade.

| Etapa | Tempo (min) | T (°C) | P (bar) |
|------------|-------------|--------|---------|
| 1 | 4 | 90 | 35 |
| 2 | 2 | 90 | 35 |
| 3 | 6 | 180 | 35 |
| 4 | 10 | 180 | 35 |
| Ventilação | 20 | - | - |

A eficiência dos procedimentos foi avaliada em termos da acidez e do carbono residual, além dos percentuais de recuperação. Os percentuais de extração foram calculados com base nas concentrações dos analitos no material de referência certificado NIST 1573a, Tomato Leaves.

A determinação de As, Cd, Co, Cr, Hg, Ni, Pb, Sb, Se, Sn e V foi realizada em ICP-MS X Series II (Thermo Electron Corporation), utilizando as condições ótimas de operação recomendadas pelo fabricante.

A acidez residual dos digeridos foram 4,0 mol L⁻¹, 2,0 mol L⁻¹ e 1,0 mol L⁻¹ para P1, P2 e P3 respectivamente. Os teores de carbono residual variaram entre 6 a 12 % m/m, sendo o menor valor para o procedimento em P1 e o maior para o P3. Os percentuais de recuperação obtidos foram entre 92 e 105% para P1 e P2 e entre 50 e 74% para P3. Assim, foi selecionado o procedimento P2 para a digestão das amostras de tomate caqui e os limites de quantificação (LOQ) obtidos, em µg g⁻¹, foram: As 0,093; Cd 0,015; Co 0,036; Cr 0,144; Hg 0,237; Ni 0,092; Pb 0,172; Sb 0,047; Se 0,213; e V 0,097.

Os resultados obtidos para as amostras de tomate caqui de cultivo convencional estão mostrados na Tabela 2. Para os elementos As, Cd, Pb, Sb, Se e Sn os resultados encontrados estavam abaixo do LOQ.

Tabela 2. Teor médio (µg g⁻¹) ± desvio padrão (n = 3) de Co, Cr, Hg, Ni, e V em amostras de tomate caqui.

| | Co | Cr | Hg | Ni | V |
|--------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| Verde | 0,634 ± 0,012 | 0,256 ± 0,072 | 0,396 ± 0,006 | 0,633 ± 0,003 | 0,421 ± 0,010 |
| Maduro | 0,177 ± 0,004 | 0,258 ± 0,014 | <LOQ | 0,099 ± 0,014 | 0,094 ± 0,011 |

Todos os valores estão abaixo do valor máximo permitido pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), entretanto já chamam atenção para necessidade de monitoramento.

Conclusões

O procedimento proposto empregando digestão com ácido nítrico diluído em forno de micro-ondas com cavidade e determinação por ICP-MS é adequado para monitoramento de contaminantes inorgânicos em espécies de tomate.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq, PETROBRAS.

¹ Rodrigues, D. S.; Pontes A. L.; Mimami K.; Dias C. T. S. Sci. Agric., 2002,59,1.

² Chiardina M.C.; Collins C. H.; Jardim I. C. S. F. Quím. Nova, 2008,3, 3.