

Desenvolvimento e validação de um método para determinação de íons Cd (II) em amostras de leite bovino empregando sistema aquoso bifásico

Ednilton M. Gama^{1,2*} (PG), Clésia C. Nascentes¹ (PQ), Guilherme D. Rodrigues (PQ)¹, Mariana F. B. Mota^{1,3} (PG).

¹ Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte MG, Brasil;

² Instituto Federal do Norte de Minas Gerais – Campus Almenara, Almenara, MG, Brasil

³ Instituto Federal do Espírito Santo – Campus Itapina, Colatina, ES, Brasil

*e-mail: gama19@gmail.com

Palavras Chave: cádmio, leite, SAB, validação.

Abstract

Development and validation of a method for determination of Cd (II) ions in cow milk samples using aqueous two-phase system. This paper propose a simple method of extraction and quantification of cadmium in milk sample exploiting ATPS by FAAS.

Introdução

O leite contém proteínas e minerais essenciais para a vida, estando presente na dieta humana. Insumos agrícolas contaminados podem ser a principal rota de contaminação por elementos traço tóxicos no leite.¹ O cádmio se destaca entre os metais de grande interesse ambiental, por sua alta toxicidade, bioacumulação e poder carcinogênico, seu limite máximo estabelecido no leite é $50 \mu\text{g L}^{-1}$. Determinar analitos em baixas concentrações em matrizes complexas como o leite é difícil e requer novas estratégias analíticas. Assim, utilizar sistema aquoso bifásico (SAB) como método extrator é uma boa alternativa, por ser rápido, simples, barato e usam reagentes atóxicos. Então, esse trabalho visa avaliar a eficiência do SAB na extração de Cd(II) em leite, utilizando polímero PEO1500 + Na_2SO_4 + água e o extrator KI.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foram estudados a influência da concentração de KI (0 a 280 mmol kg^{-1}); do tipo de polímero (PEO400, PEO1500 e PEO6000); e do tipo de eletrólito formador do sistema (Na_2SO_4 , $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ e $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) sobre a porcentagem de extração (%E) de Cd(II) ($0,07 \text{ mmol kg}^{-1}$). Avaliaram-se também o efeito da razão mássica e do comprimento da linha de amarração (CLA). A quantificação de Cd(II) foi realizada por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). Verificaram-se extrações quantitativas de cádmio quando a $[\text{I}^-] > 168 \text{ mmol kg}^{-1}$ (Figura 1). O polímero que apresentou melhor resultado foi o PEO1500. A maior %E para Cd(II) ocorreu usando Na_2SO_4 (%E = $98,8 \pm 0,4\%$). Nos estudos da razão mássica e do CLA sobre a %E de Cd(II), não foram observadas diferenças significativas na extração do analito. Após a otimização dos experimentos, as principais figuras de mérito do método foram obtidas empregando leite integral fortificado (Tabela 1). Os testes estatísticos indicaram que as premissas dos resíduos da calibração seguem a distribuição

normal, são homoscedásticos e independentes. O desvio da normalidade não foi significativo ($p > 0,1$).

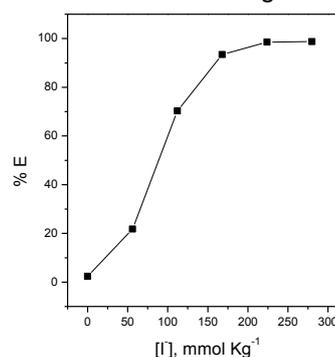


Figura 1. Efeito da concentração de KI na (%E) de Cd(II) no SAB PEG + Na_2SO_4 + água; T = 25°C .

Tabela 1. Figuras de mérito.

Parâmetros	Valores
Faixa Linear ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	22,4 – 150
Limite de detecção, LD ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	3,3
Limite de quantificação, LQ ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	22,4
Coefficiente de determinação	$R^2 = 0,9901$
Precisão (n = 5), RSD (%)	5,5 – 7,6
Recuperação (25 a $125 \mu\text{g kg}^{-1}$; %)	98,5 – 102

Para avaliar a recuperação, amostras similares, leite desnatado, leite pasteurizado, leite zero lactose e leite fortificado com ferro foram dopadas com $50 \mu\text{g kg}^{-1}$, sendo obtidas recuperações de, $106 \pm 1\%$, $95,2 \pm 0,6\%$, $108,9 \pm 0,4\%$ e $81,5 \pm 1\%$, respectivamente. De acordo com a literatura, essas recuperações indicam boa veracidade do método proposto.

Conclusões

O SAB se mostrou eficiente na extração e pré-concentração de cádmio em leite utilizando o extrator de KI. A validação apresentou boa acurácia, sendo este método uma alternativa ambientalmente segura que pode ser utilizado na rotina para quantificação de Cd(II) em amostras de leite.

Agradecimentos

IFNMG, IFES, CNPq, PAPEMIG e DQ - UFMG.

1 IEA (2007). Instituto de Economia Agrícola. Produtos Lácteos: Algumas considerações nutricionais e econômicas. <http://www.iea.sp.gov.br/OUT/verTexto.php?codTexto=1492>
2. de Lemos, L. R.; Rodrigues, G. D.; Santos, I. J. B.; da Silva, L. H. M.; n x da Silva, M. C. H. J. Hazard Mater. 2012, 237-238, 209.