

ESTUDOS PARA A DETERMINAÇÃO DE Pb EM CARNES POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA EM FORNO DE GRAFITE

OLIVEIRA, Richard Macedo¹; ORESTE, Eliézer Quadro²; NUNES, Adriane Medeiros²; VIEIRA, Mariana Antunes²; RIBEIRO, Anderson Schwingel²

¹Curso de Graduação em Química Industrial; ²Universidade Federal de Pelotas, Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, ricoliveiraqi@gmail.com

1 INTRODUÇÃO

A presença de metais tóxicos no meio ambiente é causada principalmente por ações antropogênicas.¹ Esta poluição ambiental afeta diretamente a segurança dos alimentos, colocando em risco a saúde dos consumidores. Dentre esses alimentos, a carne merece grande atenção, pois o consumidor desse tipo de alimento geralmente o faz diariamente. O controle de qualidade é uma prática de extrema importância dentro de um contexto internacional de importação de produtos cárneos “in natura” e processados, uma vez que estes podem refletir o ambiente onde o animal foi criado, ou até mesmo se esse alimento pode ter sido contaminado durante o seu processamento.

Entre os contaminantes, o Pb destaca-se como um metal tóxico, sendo nocivo ao ser humano. Uma vez ingerido, o Pb pode deslocar-se via corrente sanguínea chegando aos tecidos de órgãos como cérebro, coração, fígado e rins, podendo causar diversos problemas de saúde. Grande parte da contaminação por esse metal se dá por meio de indústrias como, por exemplo, de baterias, siderúrgicas e até mesmo pela queima de combustíveis fósseis.¹

Para o controle de qualidade de produtos alimentícios, a espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GF AAS) destaca-se como uma técnica sensível para a determinação de Pb. Além disso, esta técnica tem como vantagem a utilização de pequena quantidade de amostra para análise e obtenção de resultados a níveis de $\mu\text{g L}^{-1}$. Outro fator de extrema importância na análise de material biológico é a etapa de preparo de amostra, o qual necessita de grande atenção a fim de evitar perdas do analito por volatilização durante essa etapa.

Recentemente na literatura, vários trabalhos vêm mostrando a eficiência na solubilização de material biológico em solução aquosa com hidróxido de tetrametilamônio (TMAH), cujo procedimento dispensa o uso de energia para aquecimento, tais como microondas ou ultrassom. As amostras fornecem uma solução com características de uma suspensão, permanecendo estáveis durante meses, mesmo quando estocada em temperatura ambiente.^{2,3}

Com base neste contexto, o trabalho tem por objetivo realizar um estudo para a validação de uma metodologia analítica para a determinação de Pb em amostras de carnes processadas e “in natura” por GF AAS, após solubilização alcalina com TMAH.

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Para uma melhor resposta analítica, temperaturas de pirólise e atomização foram otimizadas, visto que estas etapas são de fundamental importância dentro de um programa de temperatura para a determinação do analito, assegurando então a minimização de erros de análise em relação a perdas por

volatilização. Esta otimização foi realizada com soluções padrão de $20 \mu\text{g L}^{-1}$ de Pb em meio de HNO_3 1,3 % v/v com e sem a presença de $5,0 \mu\text{g}$ de Ir como modificador químico.

Subseqüentemente, pesou-se aproximadamente 100,0 mg de amostras de carnes processadas (carne fatiada, salsicha e almôndega) e carne “in natura” (suína e bovina), adquiridas em comércio local, e adicionou-se 300 μL de TMAH 25,0 % m/v a fim de uma solubilização efetiva, a qual se deu em aproximadamente 3 horas em repouso. Ao final, a solução foi aferida a um volume de 10 mL com água desionizada. Curvas de calibração foram construídas com padrões aquosos, em uma faixa de concentração de 10 a $40,0 \mu\text{g L}^{-1}$, para quantificação do analito.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A otimização das temperaturas de pirólise e atomização realizadas pelo estudo comprovou a eficiência do modificador após sua adição para obter uma maior absorvância do analito, comparando com a absorvância sem a presença de Ir. A Figura 1 mostra o estudo realizado a diferentes temperaturas para ambas as etapas citadas. Como o Pb é um metal volátil a tendência com o aumento de temperatura é de perder este analito, com a adição de Ir foi observada menores perdas do elemento nas temperaturas de pirólise maiores.

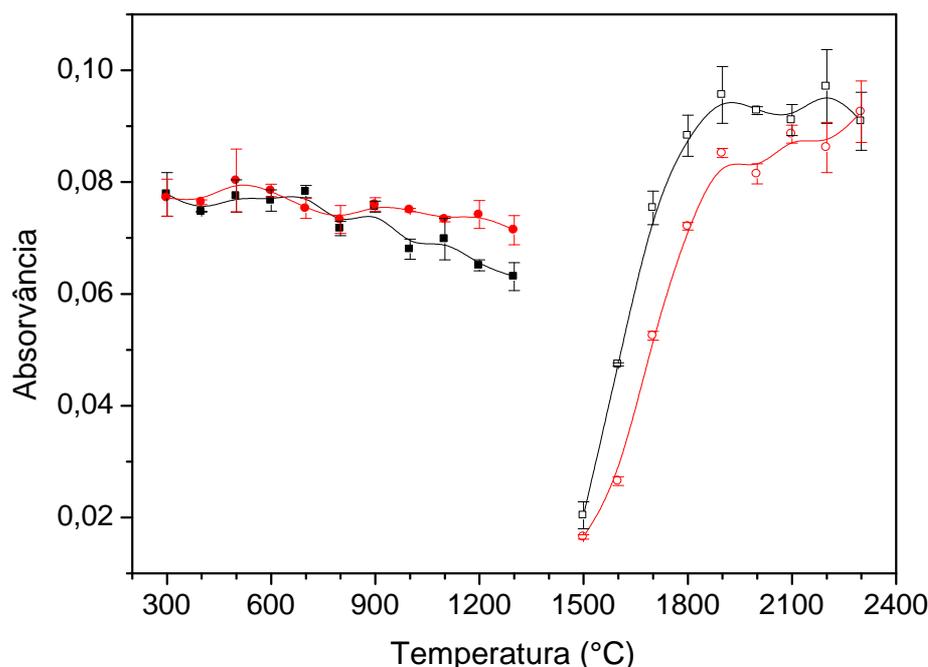


Figura 1 – Curvas de temperatura de pirólise e atomização para $20 \mu\text{g L}^{-1}$ de Pb. Pirólise em meio aquoso sem a presença de Ir (-|-) e com a adição de $5 \mu\text{g}$ de Ir (-●-); atomização em meio aquoso sem a presença (-□-), com a adição de $5 \mu\text{g}$ de Ir (-○-).

Conforme o estudo apresentado na Figura 1, as etapas de pirólise 2 e atomização que mostraram ser mais eficientes para a quantificação do analito foram 800 e 2000 $^{\circ}\text{C}$, respectivamente. As demais etapas com as suas respectivas temperaturas e tempo também estão expressas na Tabela 1. Esse programa de

temperatura foi estabelecido para a análise das amostras de carne solubilizadas em meio alcalino.

Tabela 1 – Programa de temperatura utilizada para a determinação de Pb em amostras biológicas.

| Etapas | Temperatura (°C) | Tempo (s) | Vazão de Gás (L min⁻¹) |
|---------------|-------------------------|------------------|--|
| Secagem 1* | 120 | 20 | 0,1 |
| Secagem 2* | 250 | 10 | 0,1 |
| Pirólise 1* | 300 | 10 | 0,1 |
| Pirólise 2 | 800 | 10 | 0,1 |
| Atomização | 2000 | 5 | 0 |
| Limpeza* | 2200 | 3 | 1,0 |

* Etapas e temperaturas informadas pelo fabricante.

Os parâmetros de mérito para o método proposto apresentou um coeficiente angular de $0,0039 \text{ L } \mu\text{g}^{-1}$ e um coeficiente de correlação linear de 0,996. As amostras reais analisadas apresentaram concentração abaixo do limite de detecção (LD) obtido pelo procedimento desenvolvido, o qual trata-se de $1,872 \mu\text{g L}^{-1}$ para a solução resultante do preparo das amostras ou $0,187 \mu\text{g g}^{-1}$ na amostra sólida.

4 CONCLUSÃO

A técnica de GF AAS mostrou potencialidades para a determinação de Pb em amostras de carnes. No entanto, a massa utilizada no volume que foi diluído a solução da amostra, não permitiu a detecção de Pb nas amostras reais. Certamente o método detectaria com facilidade o metal em uma amostra contaminada. Assim sendo, as próximas etapas do trabalho envolverão o estudo de outros modificadores químicos, assim como o aumento da massa da amostra com a finalidade de melhorar o LD do método.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) pelo apoio financeiro e bolsas concedidas.

6 REFERÊNCIAS

- 1.SANTOS, L. F. P. **Avaliação dos teores de cádmio e chumbo em pescado proveniente de São Francisco do Conde, Bahia.** Dissertação de Mestrado em Nutrição, Universidade Federal da Bahia, 2011.
- 2.PEREIRA, L. A; WINDMÖLLER, C. C; SILVA, J. B. B; NETO, W, B. Solubilização alcalina de peixes e otimização multivariada para determinação de chumbo e manganês usando espectrometria de absorção atômica com forno de grafite. **Química Nova**, Vol. XY, 1- 6, 2011.

3. RIBEIRO, A. S; VIEIRA, M. A; CURTIS, A. J; GHISI, M. Avaliação de diferentes formas de introdução de amostra biológica tratada com hidróxido de tetrametilamônio em espectrometria de absorção atômica com chama. **Revista Analytica**, No 28, 58 – 65, 2007.