

DETERMINAÇÃO DE TRAÇOS ELEMENTARES DE ARSENIO EM LEITE: ANÁLISE DA INFLUENCIA DE VÁRIOS FATORES NA EFICIÊNCIA DA ABERTURA

Carlos da Costa Monteiro Neto e Eliane Valentim Honorato
Centro Regional de Ciências Nucleares do Nordeste-CRCN-NE

INTRODUÇÃO

A análise realizada em matrizes de origem ambiental tem como diferencial a grande quantidade de matéria orgânica. Esta propriedade exige a realização de uma digestão antecedente às análises para eliminar estes interferentes negativos. A digestão consiste na adição de substâncias reativas à amostra, submetendo-a a condições que favoreçam a decomposição das grandes moléculas. Porém a análise de alguns elementos de interesse, como o As, devido à sua volatilidade, impossibilita a utilização de técnicas de evaporação para desidratar a amostra e de digestão à quente em meio aberto. No entanto, em detrimento da evaporação aberta, a liofilização é um processo confiável para desidratação da amostra e concentração da matéria-prima, sem comprometer a real concentração de elementos voláteis. A seleção do método adequado para a digestão envolve vários parâmetros. Entre eles estão: o tipo e quantidade dos reagentes decompositores, as condições de pressão e temperatura e o grau de exposição da amostra ao ambiente durante a digestão. Para selecionar o método mais adequado à análise de leite, visando beneficiar análises posteriores, testaram-se quatro procedimentos distintos de abertura, verificando sua eficácia na determinação de traços de As no material de referência.

OBJETIVO

Analisar os efeitos do aquecimento e da presença de H_2O_2 , sobre a eficiência do método para determinação de traços de As,

através da comparação entre diferentes métodos de digestão.

METODOLOGIA

Foram testadas quatro metodologias para a análise de material de referência de leite bovino. Inicialmente todas as amostras foram tratadas com ácido acético e metanal para conservação do leite, em seguida separou-se em quintuplicata, congelou-se e liofilizou-se o material para desidratação e conseqüente concentração dos elementos de interesse. Após este pré-tratamento as amostras foram separadas para determinação do analito As seguindo diferentes métodos de abertura da amostra:

Método 1:, adicionou-se 10 ml de HNO_3 supra puro a 5,0 g de leite liofilizado e aguardou-se 24 horas para realização do ataque químico.

Método 2: Adicionou-se a 5,0 g de leite liofilizado, 4,0 ml de H_2O_2 , e 10 ml de HNO_3 supra puro. aguardou-se 24 horas para realização do ataque químico.

Método 3: Adicionou-se 10 ml de HNO_3 supra puro a 5,0 g de leite liofilizado e realizou-se uma digestão fechada em forno de microondas Mars5 da CEM à $150^\circ C$ por 30 minutos.

Método 4: Adicionou-se a 5,0 g de leite liofilizado, 4,0 ml de H_2O_2 e 10 ml de HNO_3 . Realizou-se então uma digestão fechada em forno de microondas Mars5 da CEM à $150^\circ C$ por 30 minutos.

Após o término, a amostra digerida foi levada a um espectrômetro de absorção atômica (AAS) acoplado ao gerador de hidretos. da Varian da DIAMB/CRCN para determinação do As.

RESULTADOS

Os procedimentos com H₂O₂ apresentaram amostras mais cristalinas que a digestão realizada apenas com adição de HNO₃, indicando uma maior eficiência na digestão da amostra utilizando o primeiro reagente. Já o tempo de digestão foi bastante reduzido com a utilização da digestão fechada, sendo muito mais ágil que à temperatura ambiente. Porém houve aumento exagerado da pressão na metodologia 4, ativando o rompimento de películas de segurança do equipamento, instaladas para este caso. Isto ocorre devido a liberação de gases provenientes da decomposição do H₂O₂ que somados aos óxidos nitrosos também formados na digestão, extrapolaram o limite de pressão do equipamento.

CONCLUSÕES

Conforme esperado, percebeu-se um menor tempo necessário de digestão quando sob aquecimento, devido à rápida decomposição das substâncias interferentes. Também foi observado que a digestão obteve maior qualidade com a adição de H₂O₂, pela geração de radicais livres, conforme anteriormente descrito.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] P. Licata *et al.*, *Levels of "toxic" and "essential metals" in samples of bovine milk from various dairy farms in Calabria, Italy*; Environmental International, Vol. 30, P.1-6, 2004

[2] NIST – NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY. Certificate of NIST-8435 Reference

Material. Whole Milk Powder. Gaithersburg, 1999.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq / CNEN – CRCN/NE