

## DETERMINAÇÃO DE Cd EM CARNES POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM FORNO DE GRAFITE

**SILVA, Rafael Silva<sup>\*</sup>; ORESTE, Eliézer Quadro; VIEIRA, Mariana Antunes; RIBEIRO, Anderson Schwingel.**

*Universidade Federal de Pelotas; Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos;  
Laboratório de Metrologia Química - LabMeQui. \*rafa\_pel@msn.com*

### 1 INTRODUÇÃO

A contaminação de alimentos por metais pesados é uma das principais fontes de exposição humana e tem merecido ampla atenção dos grandes importadores mundiais.<sup>1</sup> A presença de metais pesados nos tecidos e produtos de origem animal podem ser resultado tanto da ocorrência natural desses elementos no solo, rações contaminadas, medicamentos, contaminação industrial, as quais podem estar associadas as etapas de processamento, descarte de resíduos e/ou insumos agrícolas. Dentre esses contaminantes, o controle de Cd é de grande interesse a saúde pública, devido ao seu alto grau de toxicidade, mesmo em pequenas concentrações, sendo que a exposição a este elemento é prejudicial à saúde humana.<sup>2</sup>

Sendo o Brasil líder mundial na produção e exportação de carnes, se faz necessário o controle desses contaminantes, uma vez que essa prática é quase uma obrigação no contexto do comércio internacional de produtos pecuários “*in natura*” e processados.<sup>3</sup> Dentre as mais variadas técnicas analíticas utilizadas na determinação destes contaminantes, a espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS) apresenta-se como uma das mais adequadas para a determinação de Cd, pois apresenta elevada sensibilidade e seletividade, necessitando de pequenas quantidades de amostra para análise, na ordem de mg ou  $\mu\text{L}$ .<sup>4</sup>

Outro fator importante dentro de um contexto analítico para o controle da qualidade de alimentos é a etapa de preparo de amostra. Recentemente, vários autores vêm desenvolvendo trabalhos com amostras biológicas solubilizadas em meio alcalino com o uso do hidróxido de tetrametilamônio (TMAH). Em tal processo, as amostras podem ser solubilizadas a temperatura ambiente em um curto período de tempo. Além disso, as amostras tratadas neste meio apresentam um baixo fator de diluição e permanecem estáveis durante meses, mesmo quando estocada a temperatura ambiente.<sup>2,5</sup>

Com base neste contexto, objetiva-se nesse trabalho o desenvolvimento e validação de uma metodologia analítica para a determinação de Cd em amostras de carnes processadas e “*in natura*” tratadas com TMAH por GF AAS.

### 2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Amostras de carne processada enlatada (carne fatiada, salsicha e almôndega) e “*in natura*” (bovina e suína), adquiridas em comércio local, foram tratadas em meio alcalino com TMAH. Aproximadamente, 100 mg de amostra foram pesadas em triplicata e adicionados 300  $\mu\text{L}$  de TMAH 25% (m/v) e deixadas em repouso a temperatura ambiente até completa solubilização (~ 3 horas). Posteriormente, as soluções foram aferidas a 10 mL com água desionizada. Para

avaliar a exatidão da metodologia proposta, amostras de referência certificadas (CRM) também foram analisadas.

Para o procedimento de análise, primeiramente foi necessário a otimização da temperatura de pirólise e atomização, realizada com o uso de padrão aquoso de  $1,0 \mu\text{g L}^{-1}$  de Cd, com e sem a presença de um modificador químico, no caso Pd.

Curvas de calibração para quantificação do analito foram construídas em meio aquoso na faixa de concentração de  $0,25$  a  $1,0 \mu\text{g L}^{-1}$  na presença de  $\text{HNO}_3$  1,3% v/v.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a determinação de Cd por GF AAS, deve-se seguir um programa de etapas de temperatura e tempo a fim de assegurar a completa eliminação da matriz e atomização do analito. Com isso, foi necessário uma otimização em diferentes temperaturas de pirólise e atomização, a fim de evitar possíveis erros durante a análise, como por exemplo, a perdas por volatilização durante a pirólise ou até mesmo interferências provocadas pela incompleta eliminação da matriz, que podem apresentar tanto interferências espectrais e não espectrais. A figura 1 mostra o estudo realizado para essas etapas.

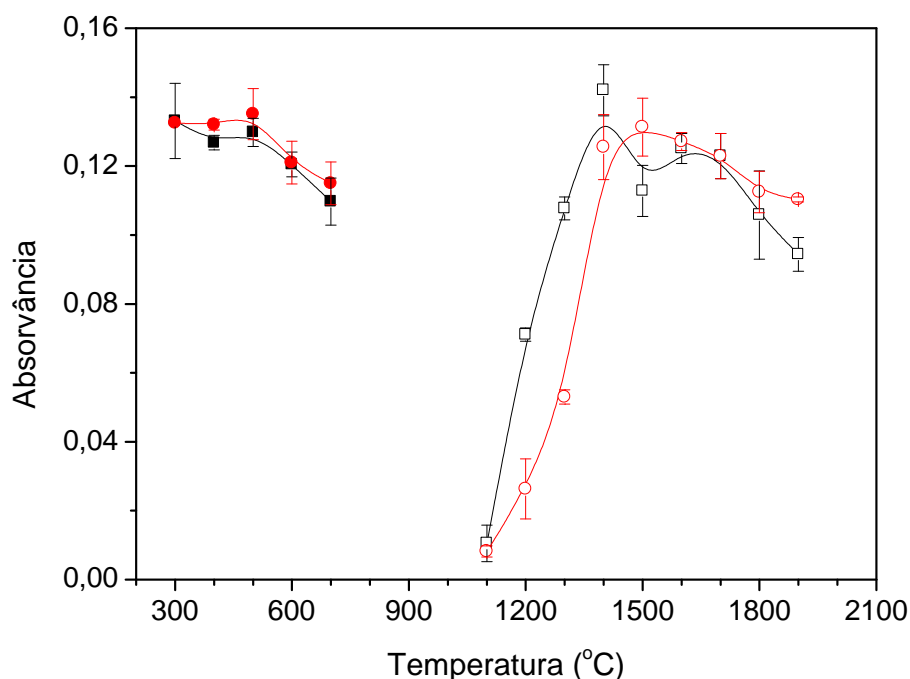


Figura 1 – Curvas de temperatura de pirólise e atomização para  $1 \mu\text{g L}^{-1}$  de Cd. Pirólise em meio aquoso (-|-), com a adição de  $5 \mu\text{g}$  de Pd (-•-); e atomização em meio aquoso (-|-), com a adição de  $5 \mu\text{g}$  de Pd (-0-).

A presença do modificador químico que tem a finalidade de garantir o analito em temperaturas mais elevadas, propiciando uma pirólise mais eficiente, possibilitando uma eliminação completa da matriz durante esta etapa, mostrou-se aceitável, uma vez que nas temperaturas de pirólise foi observado um platô, estabilizando o sinal entre 300 a 500 °C.

A Tabela 1 apresenta o programa de temperatura e tempo otimizado pelo o estudo realizado para a determinação de Cd.

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

Etapa	Temperatura (°C)	Tempo (s)	Vazão de Gás (L min <sup>-1</sup> )
Secagem 1*	120	20	1,0
Secagem 2*	250	10	1,0
Pirólise 1*	300	10	1,0
Pirólise 2	500	10	1,0
Atomização	1500	5	0
Limpeza*	2200	3	1,0

\* Etapas e temperaturas recomendada pelo fabricante do equipamento.

Os parâmetros de mérito para o método proposto apresentou um coeficiente de correlação angular (a) de 0,1210 µg L<sup>-1</sup>, linear (R) de 0,996 e limite de detecção (LD) de 0,077 µg L<sup>-1</sup>.

Para as análises das amostras reais as concentrações de carnes processadas e “*in natura*” apresentaram-se abaixo do limite de detecção (LD). A metodologia proposta foi validada por análise de diferentes CRM de carnes e os resultados estão apresentados na Tabela 2. Pode-se observar uma concordância dos resultados obtidos com os valores esperados, apresentando RSD abaixo de 10%.

Tabela 2 - Determinação de Cd em CRMs por GF AAS.

CRM	Valor Certificado (mg Kg <sup>-1</sup> )	Valor Encontrado (mg Kg <sup>-1</sup> )	RSD (%)
DORM 3 <sup>a</sup>	0,290 ± 0,020	0,276 ± 0,025	9,1
DOLT 4 <sup>b</sup>	24,3 ± 0,8	24,1 ± 0,9	3,7
2976 <sup>c</sup>	0,82 ± 0,16	0,72 ± 0,03	4,2

<sup>a</sup>Proteína de peixe; <sup>b</sup>Fígado de Peixe; <sup>c</sup>Tecido de Mexilhão.

## 4 CONCLUSÃO

A metodologia proposta apresentou-se adequada para a determinação de Cd em amostras de carnes processadas e “*in natura*”, pois além dos resultados apresentarem concordantes com o material de referência, a técnica mostrou-se simples e rápida, atendendo as legislações nacionais e da união européia para o controle deste metal. Além disso, a solubilização em meio alcalino caracterizou-se como uma etapa efetiva e segura, o que torna atrativo para trabalhos futuros, os quais visam a determinação de outros elementos nas amostras de carnes em geral.

## 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. LEITE, Edna Maria A.; SILVEIRA, Josianne N.; VULCANO, Irma Regina C. Teores de chumbo e cádmio em chás comercializados na região metropolitana de Belo Horizonte. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**. Vol. 44, n.3, jul./set., 2008.
2. CORREIA, Paulo Rogério M.; OLIVEIRA, Elisabeth; OLIVEIRA, Pedro Vitoriano. Simultaneous determination of Cd and Pb in foodstuffs by electrothermal atomic absorption spectrometry. **Analytica Chimica Acta**, v. 405, p. 205–211, 2005.
3. Instrução normativa nº 14 da secretaria de defesa agropecuária do ministério da agricultura, pecuária e abastecimento. Anexo 1 – Plano nacional de controle de resíduos em produtos de origem animal. Maio de 2009.
4. NOMURA, Cassiana Seimi; OLIVEIRA, Pedro Vitoriano. Preparação de amostra de fígado bovino e estudo de micro homogeneidade para a determinação de Cd e Pb por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica e amostragem direta de sólido. **Química Nova**, v. 29, n.2, p. 234-239, 2006.
5. GHISI, Mirela; RIBEIRO, Anderson S.; VIEIRA, Mariana A.; CURTIS, Adilson José. Avaliação de diferentes formas de introdução de amostra biológica tratada com hidróxido de tetrametilamônio em espectrometria de absorção atômica com chama. **Revista Analytical**, n.28, p. 58-65, 2007.