

VALIDAÇÃO DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE MERCÚRIO E SELÊNIO EM AMOSTRAS ALIMENTARES E AMBIENTAIS USANDO UM SISTEMA DE FLUXO MULTICOMUTADO COM DETECÇÃO POR EAA

INTRODUÇÃO

No âmbito de um projecto de investigação foi desenvolvido um sistema de fluxo multicomutado (MCFIA) [1], para a análise de espécies metálicas em produtos alimentares e ambientais.

O sistema MCFIA desenvolvido é baseado no uso de válvulas solenóides, controladas individualmente, de modo que a quantidade das soluções introduzidas é determinada pelo tempo de actuação das válvulas [2], minimizando assim a produção de efluentes e o consumo de reagentes, contribuindo para uma "química verde".

O presente trabalho tem por objectivo apresentar os aspectos da validação de métodos para a determinação de mercúrio e selénio usando o sistema MCFIA desenvolvido, com detecção por EAA-VF [1] e EAA-GH, respectivamente.

Além do estudo dos parâmetros característicos dos métodos, no ensaio de determinação de mercúrio aplicado a pescado, procedeu-se à comparação do mesmo com o método acreditado por injeção em fluxo (FIA), adoptado pelo laboratório, relativamente à determinação de selénio a avaliação da exactidão foi efectuada com materiais de referência certificados (MRC) [3].

MATERIAIS E MÉTODOS

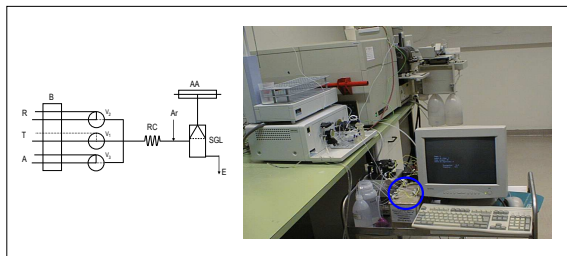


Fig. 1 - Sistema de fluxo MCFIA para a determinação de Hg e Se:
 T, solução transportadora HCl 3% (v/v) para o Hg e HCl 10% (v/v) para o Se;
 R, solução redutora NaBH₄ 0,2% (m/v) em NaOH 0,05% (m/v) ;
 A, amostras ou soluções padrão;
 B, bomba peristáltica;
 V₁ - V₃, válvulas solenóides;
 RC, reactor 30 cm (Hg) e 100 cm (Se);
 Ar, argón 70 mL min⁻¹ (Hg) e 100 mL min⁻¹ (Se);
 SGL, separador gás-liquido;
 AA, espectrofotómetro de absorção atómica;
 E, esgoto.

REFERÊNCIAS

- [1] M. F. Silva, I. V. Tóth, A. O. S. S. Rangel, Anal. Sci., 22 (2006) 861.
- [2] Reis *et al.*, Anal. Chim. Acta, 293 (1994) 129-138.
- [3] OGC001 "Guia interpretativo da NP EN ISO/IEC 17025", IPAC, Jan. 2006.

RESULTADOS

Tabela 1 - Ensaio de determinação de Hg em pescado: características analíticas do método desenvolvido (MCFIA) e do método acreditado (FIA) do laboratório.

	Método Desenvolvido (MCFIA)	Método Acreditado (FIA)
Gama Linear, µg L ⁻¹	0 - 20	0 - 20
LD, µg L ⁻¹ (X ₀ + 3S ₀ ; n = 20)	0,24	0,15
LQ, µg L ⁻¹ (X ₀ + 10S ₀ ; n = 20)	0,65	0,41
C.V., %	2,7 (1,6 µg L ⁻¹) 5,8 (8,1 µg L ⁻¹)	4,7 (1,6 µg L ⁻¹) 1,7 (8,1 µg L ⁻¹)
Recuperação, %	90,7 - 99,8	91,1 - 99,8
Incerteza, %	12	10

Tabela 2 - Ensaio de determinação de Hg em pescado: validação do método desenvolvido (MCFIA) por comparação com o método acreditado (FIA).

n	Gama (µg kg ⁻¹)	teste t Student (amostras emparelhadas)
12	9 - 300	t exp. = 0,012; t _{crit} (95%) = 2,20

Tabela 3 - Validação do método para determinação do Se, por MCFIA, em produtos alimentares e amostras ambientais.

	Método Desenvolvido (MCFIA)
Gama de trabalho, µg L ⁻¹	0 - 10 (F _{exp} = 1,0; F _{crit} (95%) = 9,3)
Modelo	Linear (F _{exp} = 0,14; F _{crit} (95%) = 2,66)
LD, µg L ⁻¹ (X ₀ + 3S ₀ ; n = 20)	0,3
LQ, µg L ⁻¹ (X ₀ + 10S ₀ ; n = 20)	1,0
C.V.r, %	2,1 (2,81 µg L ⁻¹) 2,7 (521 µg kg ⁻¹)
Recuperação MRC ^a , %	89,3 - 112,2
Incerteza, %	11

^a MRC: Sea Lettuce (CRM 279); Spinach leaves (SRM 1570^a); Surface Water (SPS-SW2); Tr-218 (Inter 2000); Dogfish (DORM-2); Pig Kidney (CRM 186); Bovine Liver (CRM 185).

CONCLUSÃO

- No ensaio de determinação de mercúrio em pescado, o método desenvolvido apresenta características analíticas similares ao método acreditado, conduzindo a resultados concordantes.
- O método desenvolvido para a determinação de selénio apresenta características analíticas adequadas para aplicação em amostras ambientais e alimentares.