

Determinação de Mercúrio em Amostras Alimentares Usando um Sistema de Fluxo Multicomutado com Detecção por EAA Vapor Frio



CATÓLICA
UNIVERSIDADE CATÓLICA PORTUGUESA
ESCOLA SUPERIOR DE BIOTECNOLOGIA

Fátima M. B. Silva, Ildikó V. Tóth, António O. S. S. Rangel

Escola Superior de Biotecnologia, Universidade Católica Portuguesa
Rua Dr. António Bernardino de Almeida, 4200-072 Porto

Introdução

Neste trabalho desenvolveu-se um sistema de fluxo baseado no uso de válvulas solenóides para a determinação de mercúrio com detecção por EAA-VF. O uso destas válvulas permite a introdução de volumes de solução reduzidos, determinados pelo tempo de actuação das válvulas [1].

O sistema de fluxo desenvolvido foi aplicado à determinação de mercúrio em amostras de peixes cujo teor máximo admissível como contaminante se encontra legislado pela UE [2].

Este sistema foi comparado com um sistema de injeção em fluxo comercial (FIAS 100, Perkin Elmer) em termos de ritmo de amostragem, consumo de reagentes, produção de efluentes, sensibilidade, limite de detecção e limite de quantificação.

Sistema desenvolvido

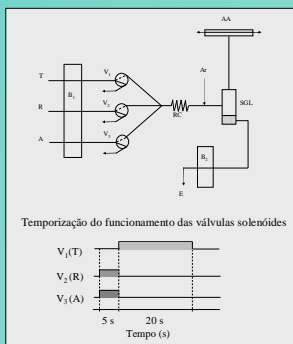


Fig. 1 - Montagem do sistema de fluxo multicomutado para a determinação de mercúrio: T, solução transportadora HCl 3% (v/v); R, solução redutora NaBH₄ 0,2% (m/v) em NaHO 0,05% (m/v); A, amostras ou soluções padrão; B₁ e B₂, bombas peristálticas; V₁ - V₃, válvulas solenóides; RC, reactor L=30 cm; Ar, argón 70 mL min⁻¹; SGL, separador gás-líquido; AA, espectrofotómetro de absorção atómica; E, esgoto.

Características do sistema

Tabela 1- Parâmetros analíticos do sistema FIAS 100 e do sistema de fluxo multicomutado desenvolvido.

	FIAS 100	Sistema de fluxo multicomutado
Calibração*		
Zona linear, ppb	0 - 20	0 - 20
ord. origem	0,014 (±0,014)	0,002 (±0,018)
declive, ppb ⁻¹	0,056 (±0,003)	0,068 (±0,005)
correlação	0,9998	0,9995
LD, ppb	0,15	0,24
LQ, ppb	0,41	0,65
C.V., %	1,7 (8,1 ppb)	2,7 (8,1 ppb)
	4,7 (1,6 ppb)	5,8 (1,6 ppb)
RA, h ⁻¹	90	60
Consumo de reagente		
HCl, mL/ensaio	0,25	0,25
NaBH ₄ , mg/ensaio	0,9	1,0
NaHO, mg/ensaio	0,23	0,25
Volume efluente mL/ensaio	13,3	4,7

LD, limite de detecção; LQ, limite de quantificação; C.V., desvio padrão relativo (n = 10);

RA, ritmo de amostragem.

* Média e desvio padrão dos valores obtidos em sete dias (n = 7).

Referências

- [1] Reis et al, Multicommutation in flow analysis. Part 1. Binary sampling: concepts, instrumentation and spectrophotometric determination of iron in plant digests. Anal. Chim. Acta 1994, 293, 129-138.
[2] Regulamento (CE) 466/2001 alterado por Regulamento (CE) 221/2002, que fixa os teores máximos de certos contaminantes presentes nos géneros alimentícios.

Agradecimentos

I.V. Tóth agradece à FCT a bolsa SFRH/BPD/563/2001.

Resultados e discussão

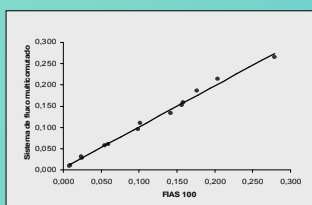


Fig. 2 - Comparação do sistema de fluxo multicomutado com o sistema comercial FIAS 100.

$$C_{SFM} = C_0 + S \times C_{FIAS100}$$

$$C_0 = 0,004 (\pm 0,006)$$

$$S = 0,969 (\pm 0,048)$$

$$R = 0,9970$$

$$n = 14$$

Tabela 2 - Resultados obtidos na análise da amostra de referência NRC DORM-2 (Dogfish) do National Research Council Canada.

	Valor de referência (mg Kg ⁻¹)	Sistema de fluxo multicomutado ^a (mg Kg ⁻¹)
Dog Fish (DORM-2)	4,64±0,26	4,37±0,13

^a Média e desvio padrão dos valores obtidos em dois dias com três replicados por dia (n = 6)

O sistema de fluxo multicomutado desenvolvido é sensível e exacto podendo ser aplicado à determinação de mercúrio em amostras de peixe.

Reduz para cerca de 1/3 a produção de efluentes.

Facilidade de variação dos volumes injectados.