



Universidade: presente!



XXXI SIC

21. 25. OUTUBRO • CAMPUS DO VALE

VIABILIDADE DO EMPREGO DA ANÁLISE DIRETA DE SÓLIDOS PARA A DETERMINAÇÃO DE METAIS EM SEMENTES POR HR-CS GF AAS

Natália K. V. dos Santos (IC), Morgana B. Dessuy (PQ)
Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

GRUPO DE
ANÁLISE DE TRAÇOS
Instituto de Química - UFRGS

INTRODUÇÃO

Amostras de sementes

Amaranto
Quinoa
5 – 8 % de óleo

Chia
Abóbora
Girassol
30 – 50 % de óleo

Analitos



Análise direta de sólidos

Vantagens

- Mínimo preparo
- Menores massas de amostra
- Mínimo consumo de reagentes
- Menor risco de contaminação

Desvantagens

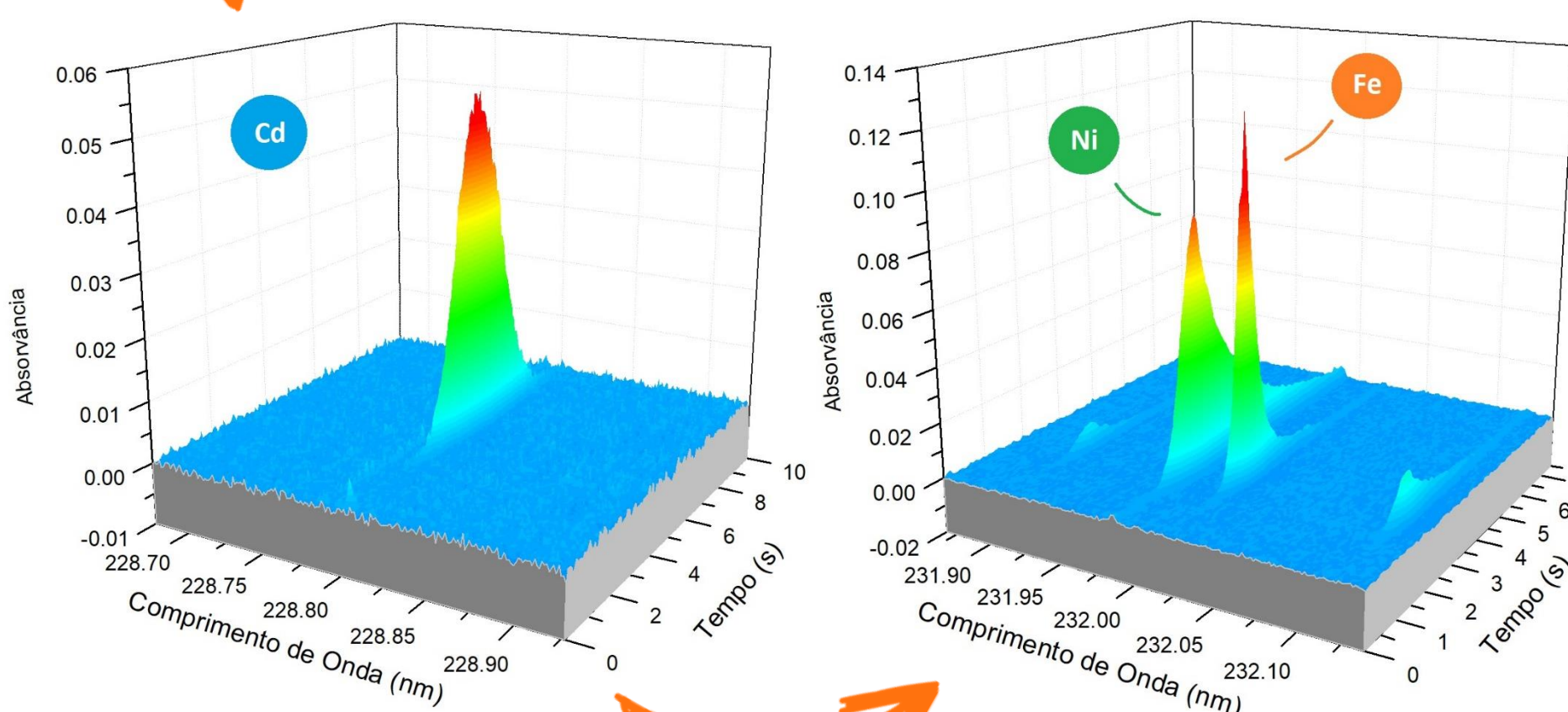
- Interferência da matriz
- Heterogeneidade

Afeta a precisão
do método

OBJETIVO

Desenvolver um método analítico, empregando a HR-CS SS-GF AAS, para a determinação de forma sequencial e simultânea de três elementos, sendo primeiramente medido Cd e, em sequência, Fe e Ni, simultaneamente, a partir de uma única alíquota de amostra.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL



Cd: $\lambda = 228,802$ nm (principal)
Pirólise: 600 °C
Atomização: 1500 °C

Ni: $\lambda = 232,003$ nm (principal)
Fe: $\lambda = 232,036$ nm (1,4% sensibilidade relativa)
Atomização: 2500 °C

RESULTADOS

Influência de massa de amostra

✓ Comportamento linear de 0,2 a 2,0 mg.

Influência do tamanho de partícula da amostra na precisão

Tabela 1. RSD das medidas de absorvância integrada obtidos para n=6

Tamanho (μm)	Cd	Ni	Fe
Sem controle	3%	13%	17%
≤ 250	7%	16%	10%
≤ 180	5%	4%	7%
≤ 150	6%	11%	4%
≤ 77	6%	4%	3%
≤ 45	4%	7%	4%

- ✓ A partir de 180 μm se obtém desvios padrões relativos satisfatórios;
- ✗ Aplicação da condição não é bem sucedida em amostras mais oleosas.

Estudo de homogeneidade de Kurfürst *et al.* (1993)

Tabela 2. He ($\text{mg}^{1/2}$) e RSD obtidos para a determinação dos analitos em sementes de girassol torradas em três faixas de massa (n=10 para cada intervalo).

Analito	0,2-0,50 mg		0,51-0,80 mg		0,81-1,1 mg	
	He	RSD	He	RSD	He	RSD
Cd	9,9	17	8,3	11	9,3	8,8
Ni	7,5	12	9,8	8,2	6,8	10
Fe	7,3	12	8,3	9,4	7,8	8,7

- ✓ Constante de homogeneidade He < 10 $\text{mg}^{1/2}$ para todas as faixas;
- ✓ Todas as massas de amostra estudadas são homogêneas.

Determinação dos analitos

Tabela 3. Concentração de Cd, Ni e Fe nas amostras de sementes.

Semente	Cd		Ni		Fe	
	$\mu\text{g kg}^{-1}$	RSD (%)	mg kg^{-1}	RSD (%)	mg kg^{-1}	RSD (%)
Amaranto	12 \pm 1	9	0,63 \pm 0,04	7	141 \pm 9	7
Quinoa	38 \pm 2	6	1,3 \pm 0,1	6	55 \pm 5	8
Chia	2,7 \pm 0,2	6	1,8 \pm 0,2	10	75 \pm 4	6
Girassol Crua	108 \pm 21	19	2,7 \pm 0,4	13	40 \pm 3	7
Girassol Torrada	127 \pm 20	16	3,3 \pm 0,3	8	43 \pm 3	7

CONCLUSÃO

O método desenvolvido para a determinação sequencial e simultânea de Cd, Ni e Fe, por HR-CS GF AAS em sementes se mostrou preciso e exato. Não se pode determinar os analitos na semente de abóbora devido a uma interferência espectral.

REFERÊNCIA Kurfürst *et al.*, *Fren. J. of Anal. Chem.*, **1993**, 345, 112