

Determinação de arsênio em alimentos de origem vegetal por HG-ICP OES

Pedro J. F. Souza - Bolsista Iniciação Científica
Diogo P. Moraes - Orientador

Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil (diogo@iq.ufrgs.br)

Determinação de Arsênio

- ✓ A análise de contaminantes inorgânicos é um importante aspecto na avaliação da qualidade de alimentos;

O arsênio apresenta elevada toxicidade, principalmente na forma inorgânica no estado de oxidação (III).

- ✓ A técnica de geração de hidretos (HG) com a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) alcança sensibilidade suficiente para a determinação de As em amostras de alimentos de origem vegetal sem interferências da matriz;
- ✓ A introdução da amostra na forma de suspensão tem sido proposta como alternativa frente aos métodos de decomposição de amostras.

Objetivo

Desenvolver um procedimento para a determinação de As em arroz por HG-ICP OES com introdução da amostra na forma de suspensão.

Suspensão

Arroz

Integral

Parboilizado

Moagem criogênica

Suspensão

Solvente

H₂O

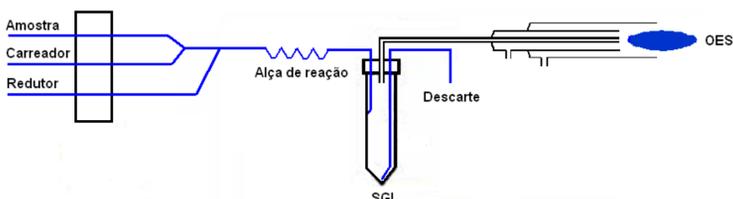
HNO₃ 1; 2,5; 5% (v/v)

HCl 1; 2,5; 5% (v/v)

Concentração

1; 2,5; 5; 10% (m/v)

HG-ICP OES



HG-ICP OES

Sistema HG

Volume de injeção	0,5 mL
NaBH ₄	1,5% em 0,1% KOH (m/v)
Solução carreadora	HCl 1,5 mol L ⁻¹
Vazão dos reagentes	2 mL min ⁻¹
ICP OES	
Potência RF	1300 W
Vazão do gás principal	15 L min ⁻¹
Vazão do gás auxiliar	0,2 L min ⁻¹
Vazão do gás de nebulização	0,6 L min ⁻¹
λ As	193,7 nm

Decomposição



Micro-ondas
(Multiwave 3000®
Anton Paar)

- 6 mL HNO₃
- 80 bar
- 280 °C

	Potência	Tempo
Etapa 1	1400 w	10 min
Etapa 2	0 W	20 min

Parâmetros ICP-MS

- ✓ A técnica de ICP-MS foi usada para a determinação de As em amostras de arroz;
- ✓ ICP-MS (SCIEX, Model ELAN DCR II, Thornhill, Canadá).

Potência RF	1400 W
Vazão do gás principal	15 L min ⁻¹
Vazão do gás auxiliar	1,20 L min ⁻¹
Vazão do gás de nebulização	1,07 L min ⁻¹
Isótopo	⁷⁵ As
Lente iônica	modo automático
"Dwell Time"	250 ms

Resultados

Determinação de As por ICP-MS

	Arroz integral*	Arroz parboilizado*	CRM BCR 402 – White clover*
As (ng/g)	116,8	131,2	93,5
DP (ng/g)	3,0	1,1	9,3
RSD (%)	1,9	0,6	7,3
Recuperação (%)**			100,5

* n = 3; ** Valor certificado: 0,093 ± 0,010 ug/g.

Introdução da amostra na forma de suspensão

A eficiência de geração de hidretos a partir da suspensão não foi adequada para a determinação de As em amostras de arroz

O emprego de HNO₃ 2,5 % (v/v) e aquecimento a 95 °C por 90 min permitiu recuperações da ordem de 80% em relação ao resultado obtido após decomposição e subsequente determinação por ICP-MS

Etapas futuras: investigar interferências relacionadas com a técnica de geração de hidretos a partir da introdução da amostra na forma de suspensão e avaliar a interconversão das diferentes espécies de As em relação às metodologias de extração.

Considerações finais

- ✓ O procedimento proposto (HG-ICP OES) empregando introdução da amostra na forma de suspensão não foi efetivo para a determinação de arsênio em amostras de arroz;
- ✓ Metodologias de extração devem ser avaliadas no sentido de alcançar recuperações quantitativas e permitir análise de especiação;
- ✓ Investigar a possibilidade do acoplamento com a etapa de pré-concentração empregando trapeamento criogênico.