

UNICAMP

Determinação de Nitrato e Nitrito em leite empregando sistema automático de análise com membrana de celulose.

Rafael Rebechi (IC), Ricardo Orlando (PG), Jarbas José Rodrigues Rohwedder (PQ)

Instituto de Química - UNICAMP - Caixa Postal 6154 - CEP 13084-971 - Campinas - SP - Brasil

e-mail: jarbas@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: Nitrato e Nitrito, Espectroscopia UV, Diálise, Membrana de celulose.

INTRODUÇÃO

► Nitrato e Nitrito em leite:

Os compostos nitrogenados NO_2^- e NO_3^- são encontrados em concentrações muito baixas no leite (da ordem de alguns miligramas por litro). O controle destes dois compostos é de fundamental importância, visto que eles estão associados à formação das chamadas nitrosaminas, as quais são altamente carcinogênicas. As nitrosaminas são formadas a partir da reação do nitrato com aminas secundárias.

► MÉTODO PADRÃO: NÃO SOUBE O QUE COLOCAR!!!!!!

- Alta Precisão e exatidão;
- Determinação simultânea multicomponente;

► MÉTODO ALTERNATIVO: Análise automatizada com diálise em membrana de celulose e espectroscopia UV

- Rapidez na análise devido a ausência de pré-tratamento da amostra;
- Maior repetibilidade nas determinações devido ao processo automatizado;
- Menor geração de resíduos de difícil descarte (solventes orgânicos);

EXPERIMENTAL

► Procedimento para determinação automática de nitrato e nitrito:

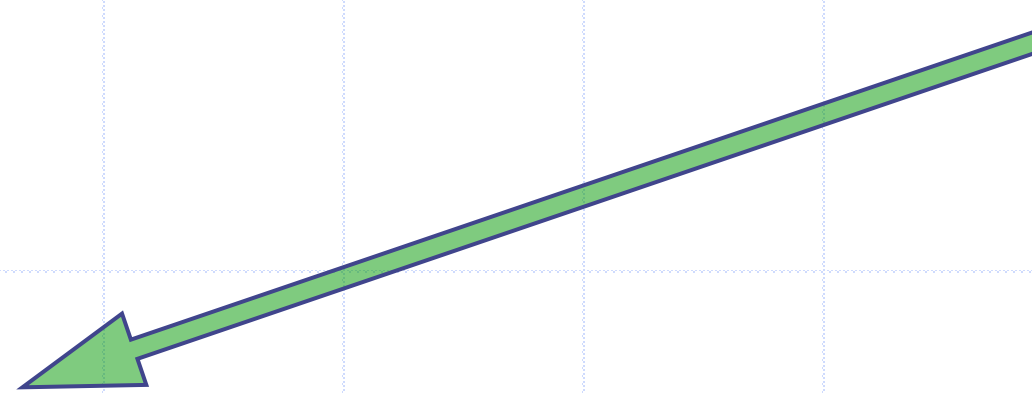
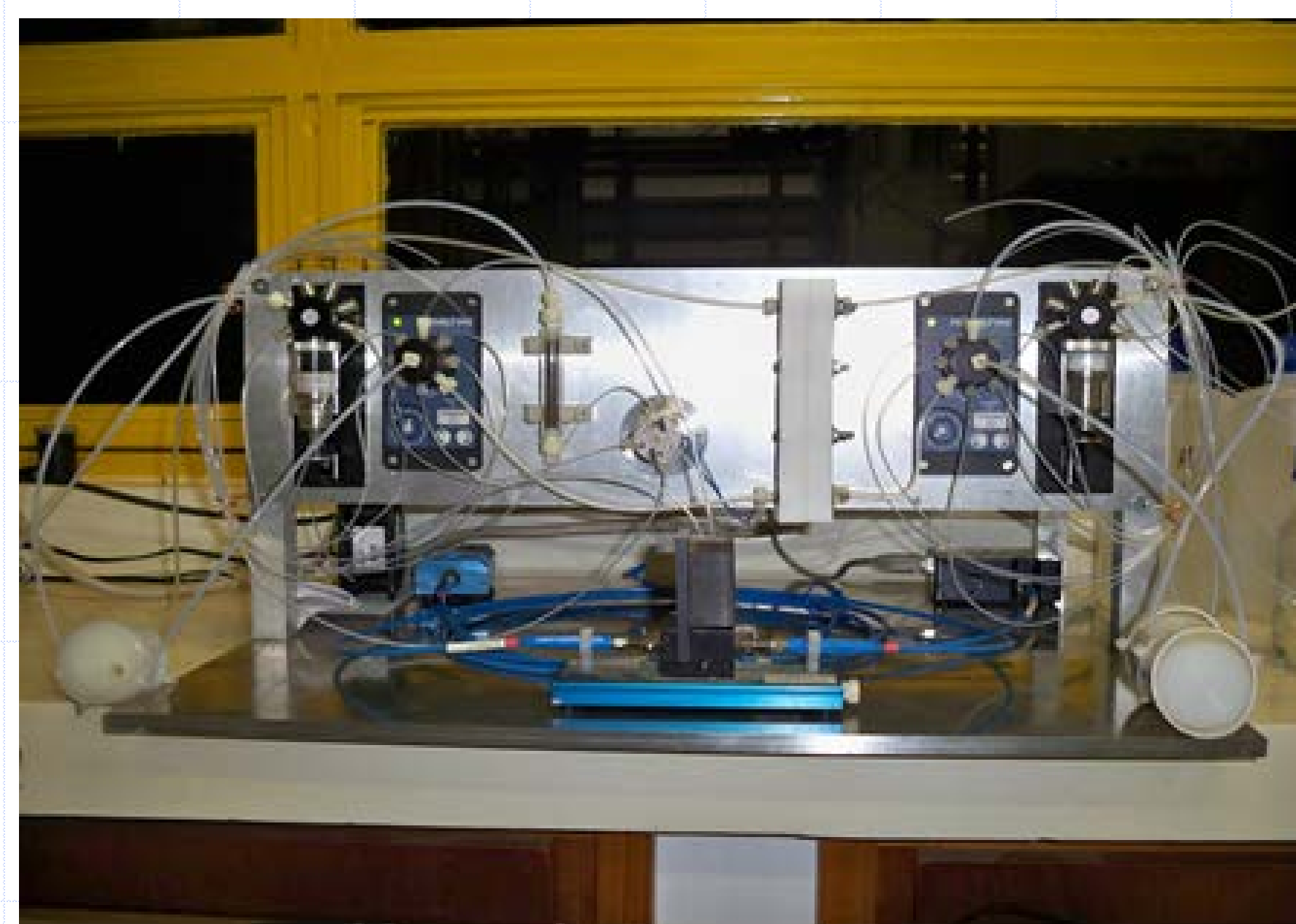
Preparar soluções padrões de NO_3^- e NO_2^- (100 mg L^{-1}) a partir dos sais NaNO_3 e NaNO_2 e reagente para nitrito NED/SAM.



Preparar tampão amônio com Triton-X (tensoativo).

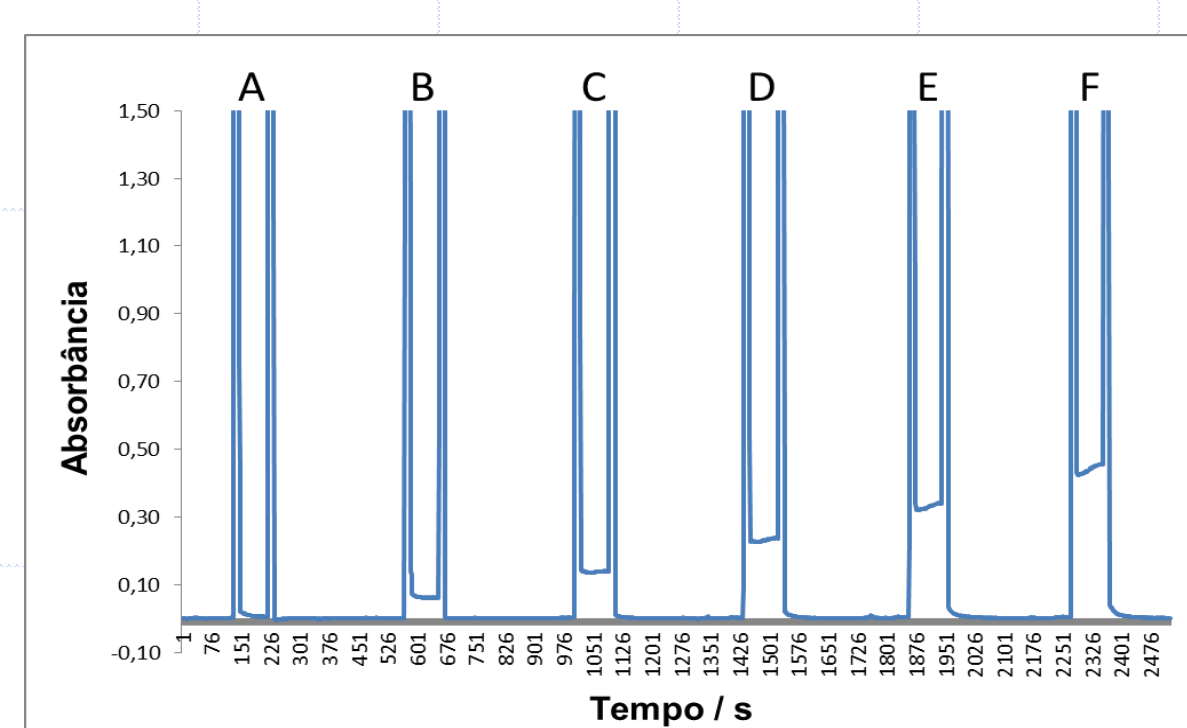
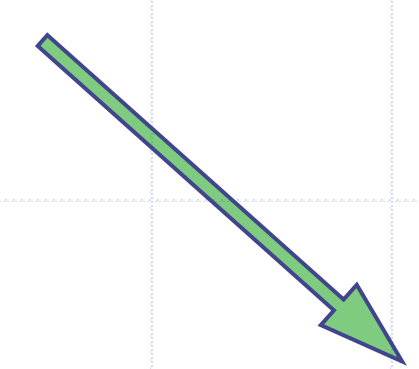
Padrões de nitrato e nitrito e reagente para nitrito.

Tampão carreador dos fluídos pelo sistema.



Equipamento construído no laboratório

Inserção dos padrões de nitrato e nitrito, do reagente para nitrito, do tampão amônio, de água deionizada e da amostra de leite nos respectivos tubos de Teflon.



Aquisição dos sinais analíticos de absorvância.

Concentração de nitrato e nitrito encontrados automaticamente pelo computador através da construção de curva analítica e regressão linear.

► Conjunto de sinais analíticos de absorvância:

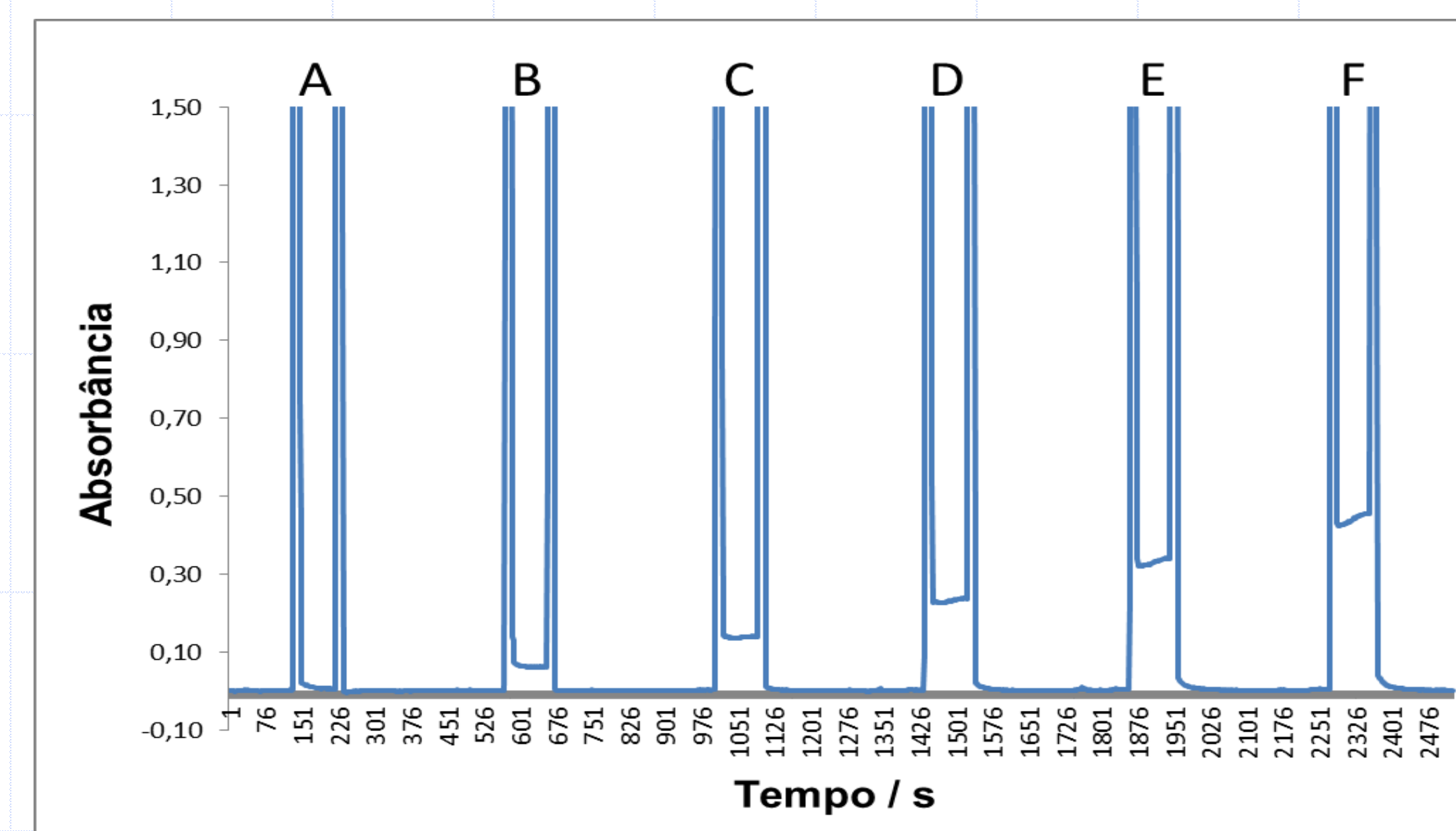


Fig. 1. Os sinais analíticos são adquiridos a cada intervalo de 1s pelo espectrofotômetro. O intervalo de valores A corresponde aos sinais para o branco (tampão), o intervalo B corresponde aos sinais da amostra e os intervalos de C a F correspondem aos sinais da amostra mais as adições padrões.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tabela 1. Comparação entre os valores de concentração encontrados nas análises e os valores esperados para diferentes concentrações de nitrito em solução aquosa.

Concentração Esperada (mg/L)	2,0	4,0	8,0	12,0
Média Encontrada (mg/L)	1,5	3,0	5,1	7,7
Desvio Padrão (mg/L)	0,1	0,3	0,3	1,2
Erro Absoluto (mg/L)	0,5	1,0	2,9	4,3
Erro Relativo (%)	25	25	36	36

Tabela 2. Resultados das determinações numa mesma amostra de leite.

Concentração Encontrada (mg/L)	2,6	2,0	2,6
Média Encontrada (mg/L)		2,4	
Desvio Padrão (mg/L)		0,4	

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos foram para nitrito em leite e mostraram que é possível empregar **membrana de celulose** no intuito de não realizar qualquer pré-tratamento da amostra. Avaliações da precisão mostraram que ela manteve-se sempre constante desde o início dos estudos com o equipamento, sendo avaliada pela estimativa do desvio padrão que apresentou um valor médio de 0,4 ppm (n=3) para concentração de 4 ppm de nitrito na amostra (SRD = 10%). Testes de fortificação com leite revelaram uma recuperação em torno de 50 a 75% para nitrito. A exatidão apresentou-se com um erro relativo entre 20 e 35% para amostras aquosas de nitrito. foram realizadas análises para uma única amostra de leite, sendo encontrada um concentração por volta de 2,4 ppm.

AGRADECIMENTOS