

Contribuição à garantia da segurança alimentar do pescado consumido na cidade de São Paulo pela determinação de elementos por análise por ativação com nêutrons

Karen Campos Fabiano e Edson Gonçalves Moreira
Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

O consumo de peixes no Brasil vem aumentando durante os anos, por este ser considerado um alimento fonte em proteínas e ácidos graxos poliinsaturados. Por esse motivo, o controle da qualidade do pescado por parte das autoridades sanitárias brasileiras tende a se intensificar, tendo como preocupação importante a presença de contaminantes inorgânicos com teores considerados acima dos limites permitidos para consumo. Dentro deste contexto, o Laboratório de Ativação com Nêutrons do IPEN - CNEN/SP participou de projeto de cooperação técnica da Agência Internacional de Energia Atômica voltado para a América Latina (IAEA ARCAL CIII) visando à garantia da qualidade alimentar por biomonitoramento de contaminantes em moluscos e peixes. Nesta etapa do projeto, o objetivo foi o cálculo dos limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) feitos através da análise do material de referência NRCC DORM-2 (músculo de cação) e, também, a avaliação das incertezas do processo. O LD indica o valor mínimo que pode ser detectado por um método analítico e o LQ está relacionado com a menor quantidade que um determinado analito pode ser quantificado através de um método analítico, que nesse trabalho foi a Análise por Ativação com Nêutrons Instrumental (INAA). A avaliação da incerteza do processo de medição é feita para permitir a interpretação correta dos resultados.

OBJETIVO

Proporcionar uma visão geral da determinação de elementos em pescados, através da técnica de INAA de forma a contribuir para a garantia da segurança alimentar na cidade de São Paulo.

METODOLOGIA

As amostras dos peixes a serem analisados foram obtidas através da Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo (CEAGESP). Para análise, as amostras foram lavadas com água purificada e limpas. Depois de eviscerado e limpo, o tecido comestível foi liofilizado, moído e peneirado. A determinação dos elementos foi realizada com utilização de espectrômetro de germânio hiperpuro após irradiação no reator nuclear de pesquisa IEA-R1 por 8h e sob fluxo de nêutrons térmicos de cerca de $10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Os radionuclídeos formados foram identificados e as concentrações dos elementos foram calculadas pelo método comparativo. Para validação do método e cálculo de LD e LQ foi analisado o material de referência certificado (MRC) NRCC DORM-2. O LD e LQ foram calculados a partir da equação 1, 2 e 3 [1].

$$L_D = 3,29 \sigma_0 \quad (1)$$

$$L_Q = 10 \sigma_0 \quad (2)$$

$$\sigma_0 = \frac{\sqrt{RF}}{t_v} \quad (3)$$

Onde:

RF = número de contagens da radiação de fundo sob o pico do analito;

t_v = tempo total de medição da amostra (tempo vivo).

RESULTADOS

Na TABELA 1 são apresentados os resultados para LD e LQ para os elementos detectados.

TABELA 1. Limites de Detecção, LD, e Quantificação, LQ, em mg/kg, Determinados por INAA, com utilização de 0,150 g de Amostra do Material de Referência NRCC DORM-2.

Elemento	LD, mg/kg	LQ, mg/kg
As	0,026	0,080
Br	0,033	0,10
Co	0,018	0,054
Cs	0,015	0,046
Fe	7,2	22
K	289	878
Na	0,31	0,94
Rb	0,49	1,50
Sc	0,0021	0,0064
Se	0,32	0,99
Zn	0,21	0,65

Na Figura 1 são apresentadas as fontes de incerteza associadas a cada uma das grandezas envolvidas no cálculo de concentração do método de INAA.

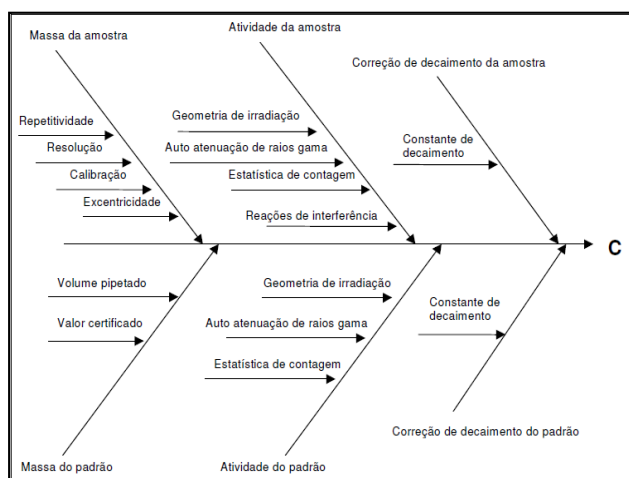


Figura 1. Diagrama de causa e efeito para a determinação de elementos por INAA [2].

Na TABELA 2 os resultados apresentados são os da incerteza na amostra do material de referência NRCC DORM-2.

TABELA 2. Concentrações dos Elementos, em mg/kg, Obtidas por INAA, para NRCC DORM-2 (músculo de cação).

Elementos	Concentração (mg/kg)	U, %
As	15,12 ± 0,56	3,7
Co	0,0140 ± 0,0034	24
Cr	14,61 ± 0,59	4,0
Fe	133,2 ± 8,5	6,4
K (g/kg)	6,0 ± 1,4	24
Na (g/kg)	3,406 ± 0,063	1,8
Se	0,65 ± 0,11	17
Zn	5,14 ± 0,22	4,2

CONCLUSÕES

Do ponto de vista da detecção dos analitos, o método de INAA utilizado é satisfatório uma vez que os valores de concentração calculados para os elementos nas amostras de peixe são maiores do que os resultados estimados para os limites de detecção, L_D , e quantificação, L_Q , a partir da matriz do material de referência NRCC DORM-2.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

[94]CURRIE, L. A. Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). *Anal. Chim. Acta* 391, 105-126, 1999.

[95]MOREIRA, E. G.; VASCONCELLOS, M. B. A.; SAIKI, M.. Uncertainty assessment in instrumental neutron activation analysis of biological materials. *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, 269 (2), 377-382, 2006.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNEN, CNPq, FAPESP, IAEA.