

DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM AMOSTRAS DE QUEIJO POR TITULAÇÃO DE COMPLEXAÇÃO APÓS SOLUBILIZAÇÃO DA AMOSTRA COM HIDRÓXIDO DE TETRAMETILAMÔNIO (TMAH)

Luciellen Silveira dos Santos¹

Luciano Tormen²

A volumetria de complexação é uma técnica de análise bem estabelecida e largamente utilizada na determinação de cátions metálicos. Este método exige que o analito esteja sob a forma iônica e livre. A principal técnica de preparo de amostras para análise inorgânica é a digestão ácida, a qual decompõe matriz da amostra deixando o material inorgânico sob a forma iônica, livre e solúvel em meio aquoso. A digestão ácida, apesar da sua eficiência, faz o uso de grande quantidade e variedade de reagentes, além do procedimento ser demorado. Recentemente foi proposto o uso do TMAH como alternativa a digestão ácida, sendo que este reagente possibilita um preparo de amostras mais rápido, de menor custo e mais fácil de ser operacionalizado. Neste trabalho as análises foram realizadas pela titulação da amostra em pH 9,5 (controlado com tampão de amônio 0,25 M) com solução padrão de EDTA 0,01 M usando o indicador negro de eriocromo T 0,5% (m/v). Foi avaliada a eficiência do TMAH na solubilização das amostras com relação diferentes tempos de aquecimento (30, 45, 60 e 90 minutos) a 90°C e observado que 30 ou 45 minutos de aquecimento não são suficientes para a solubilização da amostra e que em 60 e 90 minutos, além da completa dissolução da amostra a quantidade de cálcio medida foi maior. Com base nestas observações foi definido o tempo de 60 minutos de aquecimento. Também foi avaliada a possibilidade de interferências, essa verificação foi realizada por meio de três testes, um variando a quantidade de TMAH com relação a uma solução padrão de cálcio, além de dois testes de adição e recuperação em uma amostra real, um variando a quantidade de cálcio padrão adicionado (em três níveis) e outro avaliando o tamanho da amostra (em três níveis). Estes testes revelaram que o TMAH não interfere na quantificação do cálcio, mas que as características do meio sim. Essa dificuldade foi contornada acidificando a solução da amostra (após solubilização com TMAH) até pH na faixa entre 2 e 3 mantendo sob agitação por 30 minutos antes da análise. Esse procedimento permitiu obter recuperações médias de 99%, indicando que o método está em condições de ser aplicado. Após otimizações, foi observado que 40 µL da solução do indicador é a melhor condição para a identificação do ponto final. A validação por meio da comparação com o método padrão de preparo de amostras (digestão) e aplicação do método está sendo realizada, mas ainda com resultados incompletos. Os resultados obtidos indicam que o uso do TMAH para o preparo de amostras de queijo e determinação de cálcio é viável, sendo mais fácil, rápido e de menor custo quando comparado com o método padrão (digestão ácida).

1 Graduanda no curso Engenharia de Alimentos, Universidade Federal da Fronteira Sul – Campus Laranjeiras do Sul, e-mail: luciellen_santos@yahoo.com.br, bolsista da PIBIC/CNPq.

2 Professor Doutor no curso Engenharia de Alimentos, Universidade Federal da Fronteira Sul – Campus Laranjeiras do Sul, e-mail: Luciano.tormen@uffs.edu.br.

Palavras-chave: TMAH. Cálcio. Titulação de complexação. Queijo.

- 1 Graduanda no curso Engenharia de Alimentos, Universidade Federal da Fronteira Sul – Campus Laranjeiras do Sul, e-mail: luciellen_santos@yahoo.com.br, bolsista da PIBIC/CNPq.
- 2 Professor Doutor no curso Engenharia de Alimentos, Universidade Federal da Fronteira Sul – Campus Laranjeiras do Sul, e-mail: Luciano.tormen@uffs.edu.br.