

## 6 CONCLUSÕES

Em relação à determinação de Ni e Cu em óleos vegetais por GFAAS utilizando como estratégia a análise direta, esta provou ser possível e confiável. Nenhum pré-tratamento, sequer diluição da amostra, foi necessário e os limites da detecção obtidos foram melhores ou comparáveis àqueles obtidos utilizando outros procedimentos descritos na literatura. A calibração com uma solução analítica aquosa foi possível, tornando a análise direta mais simples. Devido ao fato de que os procedimentos de digestão ou extração de amostra não foram necessários, os riscos da contaminação e de perdas foram minimizados, assim como o tempo de análise total foi diminuído. De forma similar à análise de amostras aquosas por GFAAS, a velocidade de análise ( $30 \text{ h}^{-1}$ ) foi definida pelo tempo do programa de temperatura, se a plataforma for colocada numa posição ergonômica em relação ao operador. A atenuação do fundo para ambos os elementos foi realizada dentro capacidade do sistema para a correção do fundo. Embora seis replicatas fossem usadas nos testes de validação, o uso de triplicatas seria suficiente para a análise de rotina, visto que coeficiente de variação melhor do que 5% foram observados no presente trabalho. Isto quer dizer também que o número de operações de pesagem não é maior do que qualquer procedimento tradicional, geralmente uma desvantagem da análise direta.

A calcinação por via seca seguida da análise instrumental por espectrometria de fluorescência atômica com geração de hidretos mostrou-se adequada para a determinação de As, Sb, Se, Te e Bi em amostras de oleícolas, grãos e leguminosas. O procedimento foi validado na base de estudos de recuperação, análise de materiais de referência certificados. Em todos os casos as amostras analisadas mostraram conteúdos dos elementos estudados abaixo do limite máximo permitido pela British Food Manufacturing Research Association<sup>141</sup>.

A metodologia proposta para a determinação de As(III), As(V), DMA e MMA mostrou que, com um agente de extração como o ácido fosfórico, consegue-se, com a assistência da sonicação, uma extração eficiente, que não modifica as espécies de arsênio presentes. A estratégia não cromatográfica

desenvolvida oferece um procedimento alternativo simples, rápido e barato para a análise de especiação de arsênio nas estudadas. As recuperações obtidas foram satisfatórias para todas as espécies, assim como a concordância com os resultados obtidos utilizando o procedimento alternativo. Não houve interconversão das espécies e em especial, não houve transformação do arsênio orgânico em inorgânico. Apesar de não existir materiais de referência adequados para a presente análise de especiação, eficiências de extração de 92% e 95% (grãos e olerícolas, respectivamente), assim como resultados coerentes foram obtidos na análise de especiação de dois materiais certificados de vegetais e cereais para arsênio total.

As amostras de olerícolas e grãos analisadas mostraram conteúdos de arsênio total inferiores ao limite máximo permitido pela British Food Manufacturing Research Association<sup>141</sup> e os valores encontrados para o somatório das espécies tóxicas de arsênio estão próximos os níveis de arsênio total.