

ROSÂNGELA MAGDA DE OLIVEIRA E IEDA IRMA LAMAS CUNHA
 DIVISÃO DE RADIOQUÍMICA
 INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES - CNEN/SP
 CAIXA POSTAL 11049 - SÃO PAULO - BRASIL

RESUMO: Apresenta-se neste trabalho a determinação de fósforo em amostras de leite pelo método da análise por ativação com nêutrons térmicos, empregando separação radioquímica. A separação radioquímica consiste na irradiação simultânea de amostras e padrões, dissolução das amostras de leite em mistura de ácido perclórico e ácido nítrico, adição de carregador de retenção de zinco, precipitação do fósforo como fosfomolibdato de amônio (A.M.P.) e contagem das amostras em um detector Geiger-Müller.

Foram estudadas as possíveis fontes de erro na análise e após o estabelecimento do método, este foi aplicado na análise de fósforo em amostras de leite comercial.

ABSTRACT: The determination of phosphorus in milk samples by thermal neutron activation analysis employing radiochemical separation is described. The radiochemical separation consists of the simultaneous irradiation of samples and standards, dissolution of the milk samples in a perchloric acid and nitric acid mixture, addition of zinc hold-back carrier, precipitation of phosphorus as ammonium phosphomolybdate (A.M.P.) and sample counting in a Geiger-Müller detector.

The analysis sources of error were studied and the established method was applied to phosphorus analyses in commercial milk samples.

quantitativo tipo FRAMEX.

O precipitado é seco na estufa durante 15 minutos a 110°C, transferido para pranchetas de alumínio, o qual é contado em um detector Geiger-Müller.

2.2. ANÁLISE DE FÓSFORO EM AMOSTRAS DE LEITE COMERCIAL

O método de análise estabelecido neste trabalho foi aplicado na determinação de fósforo em amostras de leite comercial.

Os resultados são apresentados na Tabela I. A verificação de homogeneidade dos resultados foi feita aplicando-se os testes r_{\max} e r_{\min} .

TABELA I

Porcentagem de Fósforo nas Amostras de Leite Analisadas		
amostra - 1	amostra - 2	
0,84	1,01	1ª irradiação
0,75	0,89	2ª irradiação
0,77	0,89	3ª irradiação
0,88	0,88	4ª irradiação
0,98	0,80	5ª irradiação

3. CONCLUSÕES:

Os testes estatísticos aplicados nos resultados obtidos, mostram que o conjunto de resultados apresentados na Tabela I é homogêneo. O valor médio obtido para a porcentagem de fósforo na amostra de leite foi de 0,86% com um desvio padrão de 0,08%.

O método da análise estabelecido é simples, possibilita resultados com boa reprodutibilidade e pode ser aplicado em análises rotineiras para a determinação do fósforo em amostras de leite, sem que seja necessário esperar o decaimento dos radioisótopos de meias vidas curtas antes de se processar a amostra.

4. REFERÊNCIAS

- Henderson, P. The Determination of Phosphorus in Rocks and Minerals by Activation Analysis. In: *Anal. Chim. Acta*, (1967), **39**, 512.
- Lavi, N.; Lux, F.; Alfassi, Z.B. Determination of Mg, Al, P, Cu and Mn in Biological Fluid by Neutron Activation Analysis. In: *J. Radioanal. Nucl. Chim. Articles*, (1989) **129**, 83.
- Bower, H.J.; Cowse, P.A. Determination of Sodium, Potassium and Phosphorus in Biological Materials by Radioactivation. *Anal. Chem.*, 1961 **86**, 507.

1. INTRODUÇÃO

O método de análise por ativação com nêutrons térmicos é eficiente para a determinação de pequenas quantidades de fósforo e a análise baseia-se na formação do radioisótopo P-32, por meio da reação $^{31}\text{P}(n, \gamma)^{32}\text{P}$, com a emissão da radiação beta.

A determinação do teor de fósforo em muitas matrizes deve ser feita com separação radioquímica uma vez que, ao se ativar a amostra, forma-se além do fósforo-32, outros elementos emissores beta e gama que interferem na determinação do fósforo por contagem beta.

Vários autores⁽¹⁻³⁾ tem empregado a análise por ativação com nêutrons térmicos, seguida de uma separação radioquímica para a análise do fósforo em diferentes matrizes.

Neste trabalho tem-se como objetivo estabelecer um método radioquímico para determinação de fósforo em amostras de leite empregando a análise por ativação com nêutrons térmicos. Os vários fatores que afetam a análise tais como dissolução, precipitação do fósforo e condições de contagem das amostras foram sistematicamente estudados. Após o estabelecimento do método este foi aplicado na análise de fósforo em amostras de leite comercial.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. PROCEDIMENTO RADIOQUÍMICO

2.1.1. IRRADIAÇÃO E DISSOLUÇÃO DAS AMOSTRAS

Amostras de leite e padrões certificados de leite foram simultaneamente irradiados durante 30 minutos no reator do IPEN sob um fluxo de nêutrons de 10^{12} n.cm⁻².s⁻¹.

Após 1 dia de resfriamento, adiciona-se para cada uma das amostras irradiadas, 5 mg de carregador de fósforo. A dissolução é feita com uma mistura de 6 gotas de ácido perclórico concentrado e 5 ml de ácido nítrico concentrado, sob aquecimento, durante 30 minutos a 90°C.

A seguir, adiciona-se 5 mg de carregador de zinco e solução de molibdato de amônio acidificada. Para isto, dissolve-se 1 grama de molibdato de amônio em 15 ml de água e acidifica-se a solução em 2 molar em ácido nítrico. Após essa adição, aquece-se a amostra até a temperatura de 70°C, durante 2 horas. Esfria-se a mistura a temperatura ambiente e faz-se a filtração à vácuo, usando-se um filtro tipo chaminé e papel de filtro