

DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE Ca, P e Mg EM AMOSTRAS DE OSSO BOVINO PELO  
MÉTODO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NEUTRONS INSTRUMENTAL

Maria José Aguirre Armelin - Divisão de Radioquímica - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP, Caixa Postal 11049 - São Paulo - Brasil, Adibe Abdalla, José Cleto da Silva Filho - CENA - Piracicaba/SP, Caixa Postal 96, São Paulo - Brasil, Vera Akiko Maihara, Déborah Inês Teixeira Fávoro, Marina Beatriz Agostini Vasconcellos - Divisão de Radioquímica - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP, Caixa Postal 11049 - São Paulo - Brasil

ABSTRACT

Simultaneous determination of Ca, P and Mg in bovine bone samples by instrumental neutron activation analysis.

Bone samples from a defined group of calf were analyzed by instrumental neutron activation analysis followed by high resolution gamma-ray spectrometry. Elements Ca, P and Mg were determined at percentage levels. The time of analysis was about 25 minutes. The precision was less than 10% for P and Ca, and less than 20% for Mg.

INTRODUÇÃO

Os minerais influenciam diretamente na eficiência da produção do gado. Nos países tropicais, a deficiência de minerais é uma das causas que contribui para o baixo índice de produtividade da agropecuária.

O estudo dos processos biológicos mostraram que muitas funções vitais são dependentes da presença de determinados elementos minerais<sup>(1)</sup>. Por esse motivo, métodos analíticos adequados são necessários para detectar deficiências ou toxicidade de minerais em produtos usados na alimentação animal, como também no tecido animal. Um dos métodos mais utilizados para se detectar a deficiência de Ca e P no gado é a análise da ração e da composição do osso, bem como de sua resistência.

O presente trabalho é parte de um programa que tem por objetivo a elaboração de um plano de amostragem em estudos de níveis adequados de minerais na dieta para o gado brasileiro.

Neste caso se propôs:

a) estudar as condições experimentais mais adequadas para a aplicação do método de análise por ativação com nêutrons seguida de espectrometria gama para a determinação de Ca, P e Mg em amostras de osso, no menor tempo possível.

b) contribuir com dados de concentração de Ca, P e Mg presentes em 13 amostras de osso da costela de bezerras, coletadas no período de fevereiro/89 a julho/90.

Realizaram-se 4 determinações para cada elemento em cada amostra, o que permitiu apresentar uma estimativa da precisão do método. Apresentaram-se os parâmetros analíticos: sensibilidade e limite de detecção, como também algumas interferências no método.

PARTE EXPERIMENTAL

As amostras foram coletadas, de um grupo definido de animais, no período de fevereiro/89 a julho/90, em intervalos que variaram de um a dois meses, por pesquisadores de nutrição animal do Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA) - Piracicaba.

As amostras de osso foram desengorduradas com éter etílico, posteriormente calcinadas a 500°C e, trituradas em almofariz de porcelana. Depois desse tratamento, pesaram-se alíquotas da ordem de 200 mg em envelopes de polietileno.

Preparação de Padrões

O padrão de Mg foi preparado a partir da solução obtida pela dissolução do óxido de magnésio, PA., da Chimie Test, com ácido nítrico diluído (1/5).

Alíquotas de 100 µl dessa solução foram transferidas para papel de filtro Whatman Nº 41, de aproximadamente 1 cm<sup>2</sup> de área, que depois de seco foi colocado em envelope de polietileno.

Os padrões de Ca e P foram preparados pesando-se alíquotas de CaCO<sub>3</sub>, PA., da Riedel de Hain A. -G (100 mg) e (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub>, PA., da Merck (80 mg), respectivamente.

Irradiação e Contagem

Amostras e padrões foram irradiados juntos, sob um fluxo de nêutrons térmicos de aproximadamente  $3 \times 10^{11}$  n.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>, por um período de 5 minutos, no reator IEA-R1.

O espectro de raios gama da amostra foi medido após um tempo de resfriamento mínimo de 90 segundos, para a medida das áreas sob os fotopicos correspondentes aos raios gama do: <sup>49</sup>Ca(3083 keV); <sup>27</sup>Mg(1014 keV) e <sup>28</sup>Al(1778 keV) formado pela reação <sup>31</sup>P(n,α)<sup>28</sup>Al.<sup>(2)</sup>

O equipamento usado para contagem foi um detector de Ge de alta pureza da marca ENERTEC, com uma resolução de 2,4 keV para o pico de 1332 keV do <sup>60</sup>Co.

RESULTADOS

Na Tabela 1 são apresentados os resultados das análises de 13 amostras de osso de costela de bezerras. Cada resultado é a média de 4 determinações e o correspondente desvio padrão.

TABELA I  
Resultados das análises de osso de costela de bezerras

| Período de Coleta | Fósforo (%) | Cálcio (%) | Magnésio (%) |
|-------------------|-------------|------------|--------------|
| Fevereiro/89      | 17,8 ± 0,8  | 33,5 ± 2,4 | 0,31 ± 0,03  |
| Abril/89          | 16,1 ± 0,8  | 29,8 ± 2,0 | 0,40 ± 0,04  |
| Junho/89          | 16,2 ± 1,1  | 32,8 ± 2,6 | 0,47 ± 0,03  |
| Agosto/89         | 15,1 ± 1,1  | 31,8 ± 2,6 | 0,53 ± 0,03  |
| Setembro/89       | 15,8 ± 1,2  | 28,7 ± 2,2 | 0,53 ± 0,05  |
| Outubro/89        | 15,4 ± 0,5  | 29,8 ± 0,9 | 0,29 ± 0,04  |
| Dezembro/89       | 15,3 ± 0,4  | 30,6 ± 1,5 | 0,23 ± 0,02  |
| Janeiro/90        | 15,7 ± 1,1  | 31,4 ± 3,2 | 0,26 ± 0,04  |
| Fevereiro/90      | 15,4 ± 0,8  | 32,1 ± 0,8 | 0,26 ± 0,05  |
| Março/90          | 16,6 ± 1,5  | 29,4 ± 1,5 | 0,34 ± 0,02  |
| Abril/90          | 16,9 ± 0,7  | 32,7 ± 0,9 | 0,26 ± 0,02  |
| Maiço/90          | 14,7 ± 1,4  | 30,4 ± 1,9 | 0,41 ± 0,02  |
| Julho/90          | 13,2 ± 1,2  | 29,4 ± 0,6 | 0,46 ± 0,06  |

A sensibilidade do método (contagem/seg/mg do elemento) foi de 1,5; 1,5 e 4 para os elementos: Ca, P e Mg respectivamente e, na mesma sequência, o limite de detecção, calculado segundo Keith e colaboradores<sup>(3)</sup> foi de: 0,20; 0,16 e 0,06% nas condições experimentais utilizadas.

DISCUSSÃO

A relação Ca:P encontrada, aproximadamente 2:1 (Tabela 1), está coerente com a proporção esperada para estes minerais no osso.

Observou-se um valor sistematicamente menor, que variou de 3 a 5% na razão de cádmio para o fotopico de 1778 keV da amostra, quando comparado com o valor obtido para o padrão de P, isto pode ser indicativo de interferência de Al na determinação de P. Porém essa interferência pode ser considerada insignificante, no caso de amostras de osso, onde a concentração de P é alta.

A concentração de Mg significativamente maior nos meses de junho/89, agosto/89, setembro/89, maio/90 e julho/90, está razoavelmente concordante com a literatura<sup>(4)</sup>, que salienta a ocorrência de um possível aumento na concentração de Mg no osso durante os meses mais frios, quando o gado é alimentado também com misturas de concentrados (cereais).

Embora a precisão do método, estimada por meio do desvio padrão relativo obtido de 4 determinações, tenha variado de 3 a 10% para o P, de 2 a 10% para o Ca e de 5 a 19% para o Mg, o método mostrou-se adequado para dosar Ca, P e Mg em amostras de osso.

AGRADECIMENTO

Os autores agradecem a Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA), pela concessão de parte dos recursos financeiros necessários a realização do presente trabalho.

REFERÊNCIAS

- Underwood, E.J., Trace Elements in Human and Animal Nutrition, Academic Press, New York, 1975.
- Traversi, A., Analisis por Activacion Neutronica - Teoria, Practica y Aplicaciones, Servicio de Aplicaciones de La I.E.N., Madrid, 1975.
- Keith, L.H.; Crummett, W.; Deegan, J.; Libby, R.A.; Taylor, J.K.; Wentler, G., Anal. Chem., 55, 2210-6, 1983.
- McDowell, L.R.; Conrad, J.H.; Ellis, C.L.; Loosli, J.K., Mineral for Grazing Ruminants. Bulletin, Gainesville, University of Florida, 1983.