Determinação de cianeto em mandioca

1. AMOSTRA
Mandioca fresca; farinha de mandioca.

2. MATERIAL
2.1- Solução estoque de cianeto de sódio (NaCN) ou cianeto de potássio (KCN) a 0,1%
2.2- Solução de Hidróxido de sódio (NaOH) a 2,5%
2.3- Solução de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) a 10%
2.4- Solução de Picrato Alcalino: Dissolver em uma pequena quantidade de água, sob aquecimento, 2,5g de carbonato de sódio (Na_2CO_3) e 0,5g de ácido pícrico; completar o volume até 100 mL com água destilada (prepara no dia da utilização e manter ao abrigo da luz)
2.5- Espectrofotômetro (490 nm)
2.6- Destilador (balão de fundo redondo de 250 mL com duas saídas; funil de separação de 250 mL; condensador reto; adaptador de vidro com ângulo de 105°; junta cônica na saída do condensador)
2.7- Erlenmeyer de 125 mL.

3. PROCEDIMENTO
3.1- Preparação da amostra
Raízes frescas de mandioca são descascadas (película marrom mais externa e parte consistente intermediário) deixando-se apenas a polpa comestível.
Pesar exatamente 20 g de amostra. Cortar em fatias, e estas, em pequenos pedaços, radialmente.

3.2- Autólise
A autólise (hidrólise enzimática espontânea), poderá ser realizada apenas em mandiocas frescas, segundo o procedimento descrito por Pereira et al.
No balão contendo a mandioca fresca, adicionar 100 ml de água destilada. Fechar o sistema (junta, curva e condensador). Mergulhar a extremidade do condensador em erlenmeyer contendo 20 mL de NaOH 2,5%. Precaver-se da não existência de qualquer tipo de vazamento nas junções. O tempo mínimo de autólise deve ser de 3 horas. A seguir, realizar a destilação, de acordo com o item 3.4.

3.3- Hidrólise Ácida
Para hidrólise ácida será utilizada a técnica preconizada por Gamacho.
No balão contendo a mandioca fresca ou demais produtos processados, adicionar 80 mL de água destilada e fechar o sistema mergulhando a extremidade do condensador em erlenmeyer contendo 29 mL de solução de NaOH 2,5%. Pela outra saída do balão adicionar 20 mL de H_2SO_4 a 10%. Deixar processar a hidrólise por tempo mínimo de 2 horas. Realizar a destilação, de acordo com o item 3.4, durante a hidrólise.

3.4- Destilação
Antes de iniciar o aquecimento do sistema de destilação, adicionar 40 mL de H_2SO_4 a 10% pela saída lateral do balão tomando-se o cuidado de não abrir o sistema. Para tanto usa-se o recurso de utilização de um funil de separação conectado à saída lateral.
3.4.1- Inicia-se o aquecimento recolhendo-se o destilado no erlenmeyer contendo a solução de NaOH a 2,5%. Recolher cerca de 125 mL. Para a segunda destilação, preparar outro erlenmeyer contendo nova solução de NaOH a 2,5%. Fechar o sistema.

3.4.2- Pela saída lateral adicionar, através de funil de separação, 80 mL de água destilada e 20 mL de H_2SO_4 a 10%.
Reiniciar a destilação de recolher novamente 125 mL.
3.4.3- Transferir os destilados para 2 provetas de 200 mL e medir os volumes. Se necessário, completar o volume até 125 mL com água destilada.

3.5- Determinação colorimétrica
3.5.1- Transferir 5 mL de cada destilado para os tubos de ensaio com tampa;
3.5.2- Adicionar 5 mL de solução de picrato alcalino a 0,5%;
3.5.3- Fechar, agitar e levar em banho-maria fervente (tubos destampados) durante 10 minutos; deixar esfriar a temperatura ambiente;
3.5.4- Fazer a leitura da absorbância da solução colorida contra o branco de reagente, em 490 nm.

3.6- Curva de calibração
3.6.1- Solução de trabalho (50 µg/mL): Diluir 0,5 mL da solução estoque a 0,1% de cianeto de sódio (ou de potássio) com água destilada para um volume de 10 mL.
3.6.2- Transferir para os tubos de ensaio de 15 mL, com tampa, alíquotas de 0,1 – 0,2 – 0,3 – 0,4 – 0,6 – 0,8 – 1 mL da solução de trabalho, correspondendo às massas de 5, 10, 15, 20, 30, 40 e 50 µg de cianeto. Completar o volume para 5 mL com água destilada. Para o branco de reativos, adicionar 5 mL de água destilada.
3.6.3- Prosseguir conforme descrito a partir do item 3.5.2.

3.7- Cálculos
3.7.1- Traçar a curva padrão com regressão linear
3.7.2- Calcular a quantidade de cianeto presente na amostra, por meio da curva padrão previamente preparada
3.7.3- Transformar os valores obtidos em µg/g (ppm), através da seguinte equação:

$$\mu g \text{ de cianeto/g de amostra} = \frac{m.VD}{p.V}$$

Onde:
m- massa (em µg) de cianeto na alíquota do destilado
VD - volume total do destilado
P - peso da amostra (em g) utilizada para análise
V - volume do destilado utilizado para análise

3.8- Somar os resultados obtidos para cada destilado, e expressar o resultado final da concentração de CN^- em ppm.

4. INTERPRETAÇÃO
Mandioca mansa: <50 mg/kg
Moderadamente venenosa: de 50 a 100 mg/kg
Brava: >100 mg/kg

5.. BIBLIOGRAFIA
Association of Official Analytical Chemists – Official Methods os Analysis. 14th ed., Ed. Sidney Willams, Virgínia, 1984, p.500.