

# Planejamento de misturas na otimização de um procedimento de abertura de folhas vegetais para determinação de metais por ICP OES

Pedro Sanches Reis<sup>1</sup> (IC), Hadla Souza Ferreira<sup>1</sup> (PG), Marcos de Almeida Bezerra<sup>1,2</sup> (PG), Sérgio Luis Costa Ferreira<sup>1</sup> (PQ)\* (slcf@ufba.br)

1- Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia, Salvador-Ba;

2- Departamento de Química e Exatas, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Jequié-Ba.

Palavras Chave: Planejamento de misturas, abertura de amostras, folhas vegetais.

## Introdução

Os procedimentos de digestão de amostras são muito importantes para determinação de seu teor metálico, pois, são poucas as técnicas analíticas que podem analisar uma amostra sólida sem a sua prévia mineralização. Além disso, a qualidade dos digeridos obtidos é muito importante para o êxito da análise. Desta forma, um bom digerido não deve sofrer perdas ou contaminação em relação ao analito a ser determinado, não deve apresentar resíduos da amostra não decomposta, não deve apresentar precipitados e excessiva acidez residual, entre outras características.

Neste trabalho é realizada a otimização de um procedimento de abertura de folhas vegetais em placa de aquecimento usando um planejamento de misturas na avaliação da melhor proporção de HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e HCl que permita uma abertura eficiente com menor acidez final dos digeridos. O planejamento de mistura é particularmente usado quando o pesquisador tem que lidar com proporções as quais podem ser restritas a certos limites nas possíveis combinações dos fatores [1]. A otimização do procedimento de digestão foi realizada utilizando-se o planejamento centróide simplex [2] apresentado na Tabela 1, juntamente com os resultados e replicatas do ponto central.

## Resultados e Discussão

As amostras foram previamente lavadas com água desionizada e solução de Dextran 3%. Em seguida, foram desidratadas em estufa de circulação de ar a 40°C por 48 horas. Após atingirem a temperatura ambiente, foram pulverizadas e estocadas em recipientes de polietileno.

Avaliou-se através dos resultados obtidos a melhor recuperação das espécies metálicas determinadas (Al, Cu, Fe, Mn e Zn) em relação a um método já estabelecido com aberturas por sistema fechado (bombas digestoras). A acidez final dos digeridos também foi avaliada. Como técnica para detecção

simultânea dos metais a espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) foi utilizada. A acidez, expressa em mol L<sup>-1</sup>, foi determinada com a titulação de 1,0 mL dos digeridos com NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup>.

As curvas de níveis obtidas mostraram que recuperações entre 96 e 100% e acidez final média dos digeridos de 0,42 mol L<sup>-1</sup> podem ser obtidas para todos os metais estudados usando-se a região experimental próxima aos valores do ponto central (0,3 ± 0,1% para todos os componentes).

Amostras de folhas de hortelã foram abertas utilizando-se as proporções otimizadas dos reagentes, o que permitiu a obtenção de digeridos com uma menor acidez e boas características para determinação dos metais estudados.

**Tabela 1.** Planejamento centróide-simplex para otimização do procedimento de digestão das amostras de folhas de vegetais.

Volume (mL)			Recuperações (%)					Acidez (mol/L)
HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	HCl	Al	Cu	Fe	Mn	Zn	
7,0	1,0	1,0	80,47	97,71	85,93	88,75	87,08	1,43
1,0	7,0	1,0	78,73	105,43	91,12	95,20	97,36	0,99
1,0	1,0	7,0	93,77	96,32	78,12	91,33	89,72	1,41
4,0	4,0	1,0	85,41	91,82	84,37	86,88	83,71	0,73
4,0	1,0	4,0	73,93	105,89	87,70	97,38	98,98	1,73
1,0	4,0	4,0	75,69	92,96	103,53	89,38	86,39	0,56
3,0	3,0	3,0	111,89	110,50	107,16	97,46	96,12	0,46
3,0	3,0	3,0	105,85	101,36	110,62	96,38	94,41	0,40
3,0	3,0	3,0	108,87	105,96	109,68	92,17	95,22	0,39

\*acidez final dos digeridos após processo de abertura.

## Conclusões

A utilização de um planejamento de misturas na otimização das proporções dos reagentes para digestão de amostras vegetais e determinação de Al, Cu, Fe, Mn e Zn por ICP OES mostrou-se um método rápido e eficiente na determinação das quantidades ótimas dos reagentes empregados.

## Agradecimentos

<sup>1</sup> Araújo, P. W.; Brereton, R. G. Trends in Anal. Chem. 1996, 15, 63

<sup>2</sup> Neto, B. B.; Scarmínio, I. S.; Bruns, R. E. Como fazer experimentos. 2001. Ed Unicamp