

Validação de procedimento para determinação de macro e micro elementos em leguminosas por ICP OES

Wagna Piler Carvalho dos Santos^{1,2} (PG), Cássia Regina de Elias Onofre (PQ)¹, Maria das Graças Andrade Korn¹ (PQ) *korn@ufba.br

¹NQA-PRONEX/GPQA/Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, Salvador, Bahia, Brasil, CEP 40170-280

²Centro Federal de Educação Tecnológica da Bahia, Barbalho, Salvador – BA.

Palavras Chave: Leguminosas, ICP OES, macro e micro elementos.

Introdução

As leguminosas de grão são alimentos largamente consumidos, principalmente pelas populações de países em desenvolvimento, e contribuem para a promoção e manutenção da saúde¹. Portanto, a determinação da composição de macro (Ca, K, Mg, P, Si) e microelementos (Fe, Cr, Co, Cu, I, Mn, Mo, Ni, Se, V, Zn) essenciais, e elementos potencialmente tóxicos (Hg, Pb, Cd, Al) é uma informação valiosa.

Nesse trabalho foram avaliadas características analíticas da determinação de Al, Ba, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Ni, Pb, P e Zn em leguminosas por ICP OES após procedimento de digestão² em bloco.

Resultados e Discussão

Parâmetros instrumentais no ICP OES simultâneo com visão axial VISTA PRO (Varian, Mulgrave, Austrália) foram avaliados por medida da razão das intensidades de Mg II 280nm/ Mg I 285nm. Para otimizar as condições de operação do instrumento foi empregado método multivariado. Os fatores estudados foram: vazão do gás de nebulização e potência da radio frequência (RF). A resposta do planejamento foi expressa como 1,8 (MgII/MgI). Condições robustas (MgII/MgI > 8) foram obtidas no experimento 7 (Tabela 1), quando a vazão é de 0,70 L min⁻¹ e a potência de 1,40 kW.

Tabela 1. Matriz de Doehlert.

Exp.	Potência da RF (kW)	Vazão (L min ⁻¹)	MgII/MgI
3 (PC)	1,10	0,70	7,88/7,88/7,84
5	0,95	0,85	5,28
1	0,80	0,70	6,08
7	1,40	0,70	9,28
4	1,25	0,85	7,73
6	0,95	0,50	2,02
2	1,25	0,50	3,93

Segundo o gráfico de Pareto, o efeito estimado, em valores absolutos, para o fator vazão (termo quadrático) foi o mais significativo, seguido do fator vazão (termo linear) e do fator potência (termo linear). Entretanto, segundo análise de variância (ANOVA), o *p*-valor para a falta de ajuste (0,0017) foi menor que

0,05, indicando que o modelo quadrático aplicado não descreve satisfatoriamente o sistema estudado. Foram obtidos pontos de máximos relativos para vazão (0,76 L min⁻¹) e para potência (2,59 kW). O valor da potência no ponto de máximo está fora do domínio experimental determinado e das possíveis condições experimentais. Assim para as determinações foram selecionadas as seguintes condições instrumentais: vazão do gás de nebulização 0,70 L min⁻¹ e potência da RF 1,30 kW, que são valores próximos à condição robusta.

Para avaliação de efeitos de matriz foi aplicado o método de adição de analito e a avaliação do sinal analítico frente a variações da acidez das soluções. A comparação entre os coeficientes angulares das curvas analíticas usuais e os coeficientes das curvas de adição de analito indicou não haver efeito detectável de matriz, uma vez que esses não diferiram significativamente (para um nível de 95 % de confiança). No intervalo de acidez estudado (0,20; 1,0; 1,8 e 2,5 mol L⁻¹ de HNO₃) não foram observadas variações significativas nos teores dos analitos. Também não interferiu Ca (30 mg L⁻¹), Mg (40 mg L⁻¹), P (100 mg L⁻¹) e K (400 mg L⁻¹).

Foram comparados os teores médios dos analitos em diferentes amostras por três diferentes procedimentos de preparo de amostra. De acordo com a ANOVA, não houve diferença significativa, para um nível de 95 % de confiança, entre os quatro procedimentos considerando os teores médios em massa obtidos para os microelementos Al, Ba, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e macroelementos Ca, K, Mg e P.

A precisão do método empregando digestão em bloco foi avaliada em termos de repetibilidade, usando amostra de feijão fradinho. Os %RSD foram inferiores a 5% (n = 7). Os Limites de Detecção obtidos foram, em µg L⁻¹: Ca (12), Cu (1,8), Fe (1,3), Mn (2,0), P (10), K (14), Mg (3,6); Cr (9,5); e Co (2,5).

Conclusões

O método proposto para determinação de macro e microelementos em leguminosas foi validado e pode ser aplicado com boa precisão e exatidão.

Agradecimentos

¹ Kahlon, T. S.; Smith, G. E.; Shao, Q. *Food Chem.* 90 (2005) 241-246

² 13^oENQA/1^oCIAQA. Otimização multivariada aplicada ao preparo de amostras para determinação de macro e microelementos em leguminosas por ICP OES. Niterói/RJ, Brasil, 2005.