

Otimização Multivariada de um Procedimento para Extração Via Radiação Microondas de Fe, Zn, e Mn em Suplementos Alimentares

Silvio Soriano^{1,2} (M), Annibal D. Pereira Netto² (PQ), Ricardo J. Cassella² (PQ) cassella@vm.uff.br

1 Centro Federal de Educação Tecnológica de Química de Nilópolis – Unidade Rio de Janeiro. Rua Senador Furtado 121-125, Maracanã, Rio de Janeiro/RJ.

2 Departamento de Química Analítica, Universidade Federal Fluminense, Outeiro de São João Batista s/n, Centro, Niterói/RJ.

Palavras Chave: *otimização multivariada, FAAS, suplementos alimentares*

Introdução

Nos dias atuais, a introdução, na dieta do brasileiro, de suplementos alimentares (erradamente chamados de complexos multivitamínicos) tem se dado com frequência relativamente alta. Neste contexto, produtos desta natureza com diferentes formulações podem ser facilmente encontrados e adquiridos no mercado. Assim, um rigoroso controle de qualidade de tais produtos se faz necessário, levando ao desenvolvimento de metodologias analíticas para a determinação das concentrações de vários componentes em amostras comerciais. A grande maioria dos procedimentos prevê a digestão total da amostra seguida da determinação dos elementos na solução obtida. Como é bem sabido, as metodologias empregadas na digestão total de amostras desta natureza são agressivas, lentas e custosas, envolvendo a manipulação de ácidos concentrados e de alta pureza. Diante deste quadro, o objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia simples e rápida para a determinação de Fe, Mn e Zn, por F AAS, após uma simples extração dos analitos presentes na amostra empregando soluções de ácidos diluídos e aquecimento por radiação microondas. A fim de otimizar os parâmetros operacionais do procedimento foi empregado um planejamento multivariado baseado na matriz de Doehlert.

Resultados e Discussão

Como já mencionado anteriormente, o estudo constou da avaliação da influência de diferentes parâmetros como concentração do ácido usado (0 a 1 mol/L), potência aplicada pelo forno de microondas (200 a 1000 W) e tempo de irradiação da amostra (5 a 25 min) no processo de extração de Fe, Mn e Zn. Além, das variáveis mencionadas foi estudada, também, a influência da natureza do ácido utilizado (HCl ou HNO₃), sendo construídos dois planejamentos idênticos, um para cada ácido. A variável dependente medida foi a recuperação obtida em relação à metodologia padrão (digestão total da amostra com HNO₃ concentrado).

Os experimentos foram realizados empregando-se um forno de microondas com cavidade modelo DG Plus 100 (Provecto Analítica/SP). As medidas dos analitos nas soluções obtidas foram realizadas empregando-se um espectrômetro de absorção atômica com chama (FAAS) Perkin Elmer, modelo Analyst 100. A quantificação foi sempre realizada utilizando-se o método da curva analítica. No procedimento, cerca de 150 mg da amostra foram pesadas diretamente no frasco do microondas, sendo adicionados em seguida 10 mL da solução extratora ácida. O frasco foi então fechado e levado ao forno de microondas, sendo irradiado pelo tempo determinado pelo planejamento.

Os resultados obtidos indicaram que é possível fazer a determinação total dos elementos em estudo irradiando-se a suspensão por 15 min empregando-se HNO₃ ou HCl na concentração de 0,70 mol/L. Este resultado indica que o processo de extração possivelmente está ligado à presença do íon H₃O⁺.

As correlações obtidas (experimental vs. previsto) para os modelos construídos foram sempre maiores do que 0,945, sendo que em todos os casos a variável que mostrou-se mais relevante para a obtenção de recuperações quantitativas foi a concentração do ácido usado. Não foi observada diferença estatística (teste de correlação) entre o método desenvolvido e a metodologia padrão na análise de cinco amostras reais com diferentes composições.

Conclusões

O planejamento multivariado baseado na matriz de Doehlert mostrou-se adequado para a otimização do procedimento de extração dos metais (Fe, Mn e Zn) presentes em suplementos alimentares usando radiação microondas e ácidos diluídos, podendo ser aplicado na análise de amostras reais em substituição à metodologia baseada na digestão total da amostra.

Agradecimentos

CNPq e FAPERJ

