

## Utilização do planejamento fatorial na digestão de feijão em forno de microondas com cavidade para determinação da composição mineral.

Wagna Piler Carvalho dos Santos<sup>1,2</sup> (PG)\*, Jacira Teixeira Castro<sup>2</sup> (PG), Ayala Santos Curvelo<sup>2</sup> (IC), Elisângela Costa Santos<sup>2</sup> (IC) e Maria das Graças Andrade Korn<sup>2</sup> (PQ). wagna@cefetba.br

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

2. Grupo de Pesquisa em Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, Salvador - BA

Palavras Chave: feijão, ICP OES, digestão, microondas com cavidade.

### Introdução

A digestão assistida por microondas em sistemas pressurizados apresenta como vantagens a redução do tempo de preparo da amostra, menores brancos analíticos e minimização das perdas de elementos voláteis. Vários parâmetros influenciam a digestão, tais como: concentração ácida, temperatura, pressão e tempo. A concentração ácida residual (CAR) é fator importante na espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) devido à influência sobre a vida útil do equipamento. Um dos parâmetros empregados para avaliar a eficiência da digestão de amostras orgânicas é o teor de carbono residual (TCR). O planejamento fatorial é uma ferramenta bastante empregada para análise multivariada dos fatores e suas interações que afetam os procedimentos analíticos. Nas leguminosas de grão são encontrados elementos essenciais traços (Cr, Co, Ni, Mo, V, Se), micros (Zn, Cu, Mn, Fe, Al), macros (P, Mg, Ca, K) e traços potencialmente tóxicos (Pb, As, Cd, Ba, Sr, Sb) e a quantificação destes é uma importante informação nutricional. Neste trabalho foi avaliada a digestão com HNO<sub>3</sub> diluído para determinação de elementos traço em amostra de feijão fradinho empregando forno de microondas com cavidade e ICP OES.

### Resultados e Discussão

Foi desenvolvido planejamento fatorial completo de dois níveis com três fatores: temperatura (170 e 210 °C) e tempo (12 e 25 min) do último patamar e concentração de HNO<sub>3</sub> (2,0 e 6,0 mol L<sup>-1</sup>). Foram realizadas quatro réplicas no ponto central. O volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% v/v, massa e granulometria da amostra foram fixados em 1,0 mL, 500 mg e 300 µm, respectivamente. A digestão foi realizada em forno (Ethos Ez, Milestone, Itália) com controles de temperatura e pressão, utilizando potência e pressão máximas de 750 W e 35 bar. O programa de aquecimento constou de quatro etapas: (I) 4 min a 90 °C; (II) 3 min a 90 °C e (III) 6 min na temperatura investigada. O tempo e a temperatura da etapa (IV) constituíram dois fatores do planejamento. O digerido obtido foi diluído com água ultra-pura MILLI-Q® para

15,0 mL. A determinação dos analitos foi realizada em ICP OES simultâneo com visão axial VISTA PRO. A eficiência de digestão foi avaliada em termos de TCR (% m/v) e CAR (mol L<sup>-1</sup>) na solução final. Os TCR e CAR encontraram-se na faixa de 1,6 – 8,1 % m/v e 0,4 – 2 mol L<sup>-1</sup>, respectivamente. Segundo a análise de variância (ANOVA) e com base nos gráficos de Pareto, os fatores concentração do ácido (fator principal) e temperatura foram significativos, ao nível de 95% de confiança, para TCR e CAR. O efeito negativo destes fatores sobre o TCR indica melhor eficiência de digestão no maior nível. A interação temperatura x concentração foi significativa para TCR, com efeito positivo, comprovando que quanto maiores concentração ácida e temperatura, menor o TCR. Como resposta do planejamento também foi utilizada a recuperação dos analitos considerando à digestão com HNO<sub>3</sub> 65% m/m, temperatura de 180 °C e tempo de por 15 min na etapa (IV). Foram obtidas recuperações médias na faixa de 77 a 125 %. No domínio experimental determinado os fatores investigados não foram significativos, ao nível de 95 % de confiança, para: Ba, Cu, Fe, Ni, Sr, Ca, K, Mg e P. Todos os fatores foram significativos para Mn, Mo, V e Zn. Os fatores tempo e temperatura apresentaram efeito positivo e o fator concentração efeito negativo, sobre a extração destes analitos. A interação tempo x concentração também foi significativa para esses quatro elementos, com efeito negativo. A interação tempo x temperatura foi significativa para Mo e V, e seu efeito positivo, ou seja, quanto maior o tempo e a temperatura melhor a extração destes analitos. As concentrações obtidas para os elementos As, Cd, Co, Cr, Pb, Sb e Se estavam abaixo do LD do método.

### Conclusões

De acordo com os resultados obtidos pode-se concluir que as variáveis mais significativas para a digestão de amostras de feijão foram temperatura e concentração ácida para a determinação multielementar de traços, micro e macro elementos.

### Agradecimentos

CNPq, PRONEX/CNPq/FAPESB, FINEP

---

<sup>1</sup> Araujo, G.C.L. et al. *Spectrochim. Acta Part B*, **2002**. 57, 2121.