

Extração de macro, micro e elementos traço em amostras de alimentos empregando centrifugação com ácidos diluídos e ICP OES

Wagna Piler Carvalho dos Santos^{1,2*} (PQ), Jacira Teixeira Castro³ (PQ) Andréa P. Fernandes¹ (PQ), Vanessa Hatje¹ (PQ) e Maria das Graças Andrade Korn² (PQ). wagna@cefetba.br.

1.NQA-PRONEX-GPQA, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UFBA, Campus de Ondina, 40170-280, Salvador-BA

2.Centro Federal de Educação Tecnológica da Bahia, CEFET-BA, Salvador-BA

3.Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, UESB, Jequié-BA

Palavras Chave: centrifugação, ICP OES, alimentos

Introdução

Procedimentos de extração ácida empregando centrifugação tem sido utilizados para avaliar a extratibilidade de elementos traço¹. Um procedimento otimizado de extração sólido-líquido empregando centrifugação e uma mistura de ácidos diluídos foi empregado para determinação de macro, micro e elementos traço em alimentos por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) simultâneo com visão axial, câmara de nebulização *Sturman-Masters* e nebulizador *V-Groove*.

Resultados e Discussão

A otimização do procedimento proposto constou da aplicação de planejamento de mistura simplex centróide com pontos axiais para três componentes, que define o meio extrator mais eficiente; e planejamento fatorial fracionário de dois níveis com quatro fatores e quadruplicata no ponto central, que indica as variáveis independentes de processo mais significativas no domínio experimental definido. Os planejamentos foram desenvolvidos de forma, sequencial, empregando-se uma amostra de café (torrado e moído). A eficiência de extração, utilizada como resposta analítica e expressa em percentual, foi avaliada com base nos teores dos analitos obtidos após digestão em forno de microondas com cavidade usando HNO₃ 65% (m/m) e H₂O₂ 30% (v/v). Para o planejamento de mistura foram escolhidas soluções 1,0 mol L⁻¹ de HNO₃, HCl e HC₃COOH. Os resultados indicaram um efeito sinérgico na mistura dos três componentes. Portanto, optou-se por uma mistura ternária na proporção de 1/3. As variáveis de processo escolhidas foram tamanho de partícula, massa de amostra, tempo de centrifugação e velocidade de rotação. A análise dos resultados revelou que, em geral, maior tempo, rotação e tamanho de partícula implicou em maiores recuperações dos analitos. As condições experimentais otimizadas para a extração ácida foram 350 mg de amostra, tamanho de partícula < 500 µm, velocidade de rotação de 8000 rpm, tempo

de 24 min. O procedimento foi aplicado para amostras de café e feijão fradinho. Também foram utilizados materiais de referência certificados: tecido de ostra (NIST 1566b) e proteína de peixe (DORM-3). Observou-se que o comportamento das amostras foi semelhante quanto a extração de Zn e K, obtendo-se percentuais de recuperação maiores que 90%, exceto para a amostra de café (Figura 1).

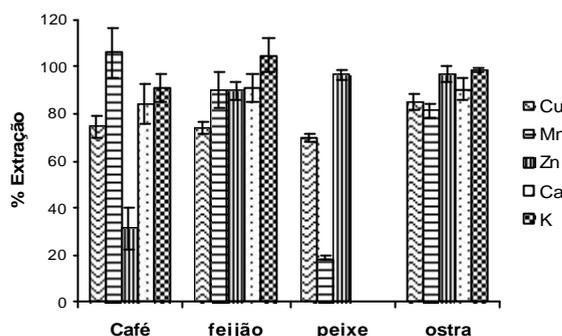


Figura 1. Comparação da eficiência de extração para diferentes amostras de alimentos.

Para o elemento Mn, foram obtidas extrações acima de 80% para as amostras de café (90%), feijão (106%) e ostra (81%). No entanto, os percentuais de extração alcançaram apenas 20% para a amostra de peixe. As recuperações de Cd e Mo foram de 85 e 64%, respectivamente, para as amostras de ostra e feijão. As concentrações de As, Cd, Mo, Pb e V encontraram-se abaixo do LOQ do método para a maioria das amostras.

Conclusões

Conclui-se que o procedimento simples e rápido de extração empregando-se a mistura de ácidos diluídos e centrifugação foi eficiente para a extração de Zn e K nas amostras avaliadas.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPESB.

¹ Santamaria-Fernández, R.; Cave, M. R. and Hill, S. J. *Analytica Chimica Acta*, **2006**, 557 (1-2) 344.