

Otimização de um procedimento para digestão de folhas vegetais em forno de microondas usando planejamento de misturas com restrições

Moisés A Lima Neto¹ (IC), Jacira T. Castro¹ (PQ)*, Valfredo A Lemos¹ (PQ), Reinaldo C Macedo¹ (PG), Maria das Graças A. Korn² (PQ), Marcos de A. Bezerra¹ (PQ) jacirateixeira@yahoo.com.br

1 – Laboratório de Química Analítica, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Jequié, Jequié – Ba, CEP 45.206-190.

2 - Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, Salvador-BA

Palavras Chave: Planejamento de misturas, digestão, microondas, folhas vegetais

Introdução

A concentração ácida residual é um fator importante nas determinações por ICP OES, uma vez que a utilização de ácidos concentrados pode reduzir o tempo de vida útil de componentes do equipamento. Em adição, a percentagem de carbono residual é um parâmetro para avaliação da eficiência da digestão de amostras orgânicas¹.

Os planejamentos de misturas são particularmente usados quando se tem que lidar com quantidades restritas a limites na possível combinação dos fatores². No presente trabalho, um planejamento de misturas com restrições inferiores e superiores foi utilizado na otimização das proporções de reagentes para digestão de folhas vegetais assistida por radiação de microondas.

Resultados e Discussão

Para digestão das amostras de folhas de alface, foram utilizadas bombas de teflon revestidas por uma camisa construída com material polimérico (Bombas Parr) apropriado para penetração das microondas. Os experimentos foram realizados em duplicata. A massa da amostra e o volume total de reagentes foram fixados em 100 mg e 2,0 mL, respectivamente. As medidas da percentagem de carbono residual nos digeridos foram realizadas em ICP OES simultâneo com visão axial (VISTA PRO, Varian). Os padrões de calibração para determinação da percentagem de carbono residual foram feitos com uréia. A acidez final dos digeridos foi determinada por titulação com NaOH 0,1 mol L⁻¹ padronizado e usando-se fenolftaleína como indicador ácido-base.

Na Tabela 1 são apresentados os resultados médios obtidos para o teor de carbono residual e acidez final para cada ensaio que compõe a matriz experimental do planejamento de misturas com três componentes: H₂O, HNO₃ 65% (m/m) e H₂O₂ 30% (v/v). Foram notadas as seguintes tendências: o uso de maior proporção de água acarreta um maior teor de C residual no digerido e quando se usa uma maior

proporção de ácido o teor de C residual diminui, porém há um aumento da acidez final.

Para avaliação conjunta das duas respostas (carbono residual e acidez final do digerido) elas foram combinadas em uma única resposta, a resposta global. O comportamento da resposta global no campo experimental estudado mostrou que as proporções dos reagentes (H₂O, HNO₃ e H₂O₂) que permitem simultaneamente o menor teor de carbono residual e menor acidez final são as seguintes: 15, 75 e 10%, respectivamente.

Tabela 1 Matriz de planejamento experimental para otimização da mistura digestora.

Exp.	H ₂ O*	HNO ₃ *	H ₂ O ₂ *	C res (%)	Acidez**
1	0	2	0	5,4 ± 0,3	2,2 ± 0,5
2	0	1,5	0,5	5,4 ± 0,4	1,6 ± 0,2
3	1,5	0,5	0	13,1 ± 0,7	0,47 ± 0,03
4	1	0,5	0,5	6,2 ± 0,3	0,58 ± 0,01
5	0,75	1,25	0	8,5 ± 0,3	1,1 ± 0,3
6	0	1,75	0,25	4,8 ± 0,3	2,06 ± 0,07
7	0,5	1	0,5	4,9 ± 0,6	1,31 ± 0,06
8	1,25	0,5	0,25	7,2 ± 0,3	1,38 ± 0,06
9	0,625	1,125	0,25	5,0 ± 0,3	0,42 ± 0,04

*mL, **mol L⁻¹

Conclusões

Com os resultados obtidos, concluiu-se que a utilização de um planejamento de misturas com o estabelecimento de restrições permitiu encontrar as melhores proporções dos reagentes para a digestão de amostras e folhas de alface e obtenção de digeridos com baixo teor de carbono residual e baixa acidez final.

Agradecimentos

FAPESB, CNPq, CAPES

¹Gouveia, S.T. et al. *Anal. Chim. Acta* **2001**, 445 (2), 269.

²Neto, B.B.; Scarmínio, I.S.; Bruns, R.E. *Como fazer experimentos. Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria*. Editora da Unicamp. Campinas, São Paulo, **2001**.