

Otimização de um procedimento de preparo de amostras de mariscos para determinação de macro e micro elementos empregando ICP OES

Darlan da Silva Santil¹(PG)*, Manuel Cezar M. B. N. de Souza¹(IC), Andréa P. Fernandes¹(PQ), Wagna P. C. dos Santos²(PQ), Vanessa Hatje¹(PQ), Maria das Graças A. Korn¹(PQ). dssantil@ig.com.br.

¹Laboratório de Oceanografia Química, Universidade Federal da Bahia, Rua Barão de Geremoabo s/n, 40170-115, Salvador- BA- Brasil

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

Palavras Chave: Mariscos, metais traço, extração ácida, ICP OES, matriz de Doehlert

Introdução

O interesse na determinação de metais em mariscos tem crescido consideravelmente em virtude da utilização destes como biomonitores da qualidade ambiental do ecossistema marinho¹. Adicionalmente, os invertebrados marinhos são fontes de proteínas relativamente baratas aos seres humanos, sendo bastante consumidos em regiões costeiras. Portanto, torna-se necessária a adoção de procedimentos analíticos adequados envolvendo métodos de preparo de amostras e posterior determinação do teor de metais nestas amostras. O objetivo do presente trabalho é a otimização de um procedimento de centrifugação e extração ácida assistida por ultra-som para determinação de macro e micro elementos em invertebrados marinhos, utilizando um planejamento experimental de matriz de Doehlert.

Resultados e Discussão

O planejamento experimental de Doehlert foi escolhido para avaliar a influência de três fatores, suas interações e determinar as melhores condições de extração para os elementos estudados. Os fatores estudados foram: Concentração da mistura ácida (HCl + HNO₃ + H₃CCOOH; 1-3 molL⁻¹), tempo de centrifugação (10-40 min) e velocidade de rotação (6000 – 10000 rpm). Uma massa de 0,250g de material certificado NIST 1566b foi pesada em tubos de centrifuga (50mL) e a estes foram adicionado 10mL da mistura ácida. Para avaliação do efeito da extração assistida por ultra-som, o mesmo procedimento foi usado, aplicando-se antes da centrifugação, 15 min de sonicação num banho de ultra-som à temperatura ambiente (25-30 °C). Os resultados da recuperação obtidos pela otimização da centrifugação por Doehlert e também com ultra-som e centrífuga são mostrados no Gráfico 1. Os resultados da otimização mostraram que altas velocidades de rotação, maiores tempos e concentrações mais baixas da mistura ácida favorecem a extração dos metais.

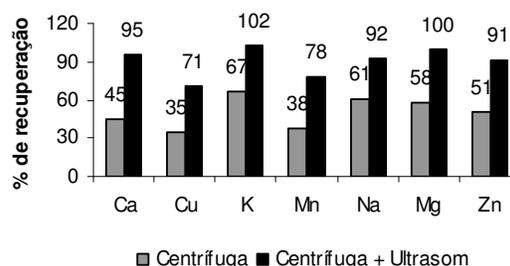


Gráfico 1. Recuperação (%) dos metais em material de referência certificado NIST 1566b (Oyster Tissue)

As condições ótimas obtidas foram: 20 min de centrifugação, 9000 rpm e 1,0 molL⁻¹ de mistura ácida. O desvio padrão relativo (RSD) da centrífuga variou entre 1,6 a 5,1% e com o ultra-som foram obtidos RSD menores que 1%.

Tabela 1. Limites de Detecção dos procedimentos

Metais	LOD ($\mu\text{g g}^{-1}$) centrífuga	LOD ($\mu\text{g g}^{-1}$) centrífuga + ultra-som
Ca	6,64	3,84
Cu	0,18	0,12
K	1,44	1,12
Mn	0,58	0,15
Na	0,04	0,03
Mg	1,14	1,61
Zn	0,54	0,33

Conclusões

A aplicação do planejamento fatorial de matriz de Doehlert permitiu a otimização do procedimento para determinação multi-elementar empregando ICP OES. O uso do ultra-som antes da centrifugação promoveu um aumento da recuperação para os elementos.

Agradecimentos

Este projeto foi financiado com recursos obtidos junto ao CNPq e FAPESB.

¹ Augusto, C., R. e. Silva, et al. (2006). Marine Environmental Research 61.