

Extração de Metais Assistida por Ultrassom em Amostras de Arroz e Folhas empregando EDTA em meio alcalino e detecção por ICP OES

Andrea Oliveira* (PQ), Greice T. Macarovscha (PG), Nivaldo Bacchan (PQ), Solange Cadore (PQ)

Departamento de Química Analítica – Instituto de Química, UNICAMP, CP 6154, CEP 13083-970

* e-mail: apoquimica@yahoo.com.br

Palavras Chave: extração por ultrassom, análise de traços, edta, icp-oes.

Introdução

Um método simples e rápido foi desenvolvido para a determinação de metais traço em amostras alimentícias empregando como agente de extração o quelante ácido etilenodiaminotetraacético, EDTA na sua forma, Y^{4-} , assistido por ultrassom. O emprego do ultra-som em métodos de preparo de amostras para espectrometria atômica vem sendo cada vez mais utilizado, mostrando ser uma alternativa viável ao tradicional pré-tratamento de amostras geralmente baseado em sucessivos ataques por soluções ácidas em altas temperaturas. Além disso, o uso do EDTA torna o método proposto menos agressivo, comparado ao usual ataque ácido das amostras.

Resultados e Discussão

Inicialmente foi realizado um planejamento experimental 2^3 com ponto central resultando em 27 experimentos empregando-se o software Statgraphics Plus 3.0. Os valores das variáveis estudadas estão mostradas na Tabela 1.

Tabela 1: Valores das variáveis empregadas no planejamento.

Parâmetros	Massa (g)	Volume (mL)	Tempo (min)
Menor nível	0,05	5,00	1
Ponto central	0,125	7,50	3
Maior nível	0,20	10,00	5

Para os estudos de extração foi utilizado o EDTA ácido, neutralizado com hidróxido de amônio, com pH final da solução 10. A resposta obtida para cada um dos experimentos foi avaliada por meio da % recuperação dos metais determinados. A quantificação foi feita empregando-se um espectrômetro de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, ICP OES, modelo Optima 3000 DV, Perkin Elmer. As condições de trabalho no ICP OES foram previamente otimizadas visando a obtenção de um plasma operante em condições robustas, ou seja, $Mg(II)/Mg(I) > 10$, em meio de EDTA. Assim, trabalhou-se nas seguintes condições: Potência do Plasma: 1350 kW; Vazão Gás Nebulização: $0,60 \text{ L min}^{-1}$, Vazão Gás Auxiliar, $0,50 \text{ L min}^{-1}$, Vazão do Gás Principal: 15 L min^{-1} . A estratégia de se empregar o EDTA como um agente de extração, baseia-se no fato de que a

constante de formação do complexo metal(M)-EDTA(Y)¹, β_{MY} , é bastante favorável, estando na ordem de $10^8 - 10^{25}$ para Fe^{3+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} e Cd^{2+} . A complexação EDTA-Metal também foi favorecida empregando-se uma solução de EDTA em meio alcalino, obtendo-se nesse caso a predominância da espécie de EDTA, Y^{4-} , ou seja, a espécie totalmente livre para se ligar ao metal. As melhores condições encontradas para o método diferem de acordo com a matriz e estão mostradas na Tabela 2.

Tabela 2: Condições experimentais otimizadas para diferentes tipos de amostras de certificado.

Amostra	Massa (g)	Volume (mL)	Tempo (min)
SRM 1547	0,20	5,00	5
SRM 1568a	0,05	5,00	5

SRM1547 (Peach Leaves)

SRM 1568a (Rice Flour)

Nessas condições as recuperações encontradas estão descritas na Tabela 3.

Tabela 3: Valores de % Recuperação dos elementos determinados, detectados por ICP OES

Analito	SRM 1568a	SRM1547
P I (213,167)	73	98
K I (766,490)	90	107
Mg II (279,077)	111	99
Cu I (324,752)	98	83
Al I (237,313)	98	-
Zn I (213,857)	99	111
Mn II (257,610)	101	107
As I (188,979)	97	-
Cd II (214,440)	96	-
Mo II (202,031)	97	-
Ba II (233,527)	N/D	107

Conclusões

O emprego do EDTA como agente de extração associado ao banho ultrassônico é uma estratégia viável na extração de metais. As recuperações encontradas foram adequadas para a maioria dos elementos determinados.

Agradecimentos

Ao CNPq, CAPES e FAPESP

Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.J. Fundamentals of Analytical Chemistry, 6th ed., Saunders College Publishing, 1992.