

Desenvolvimento e validação de método por ICP OES para a determinação de iodo em premix mineral.

Amanda R. D. Fonte (P G), Rosângela Cristina Barthus (PQ)*.

Universidade Federal do Espírito Santo. DQUI, CCE, Av. Fernando Ferrari, 514- Goiabeiras, Vitória-ES.

Palavras Chave: Iodo, Premix, ICP OES.

Abstract

Development and validation of method by ICP OES for the determination of iodine in mineral premix. This type of determination is useful to assure the quality of a product such as premix. In this work, we used citrate solution to extract iodine as sample preparation. The method was validated; good results were obtained, considering the heterogeneity of the matrix.

Introdução

O iodo é um micronutriente essencial para síntese dos hormônios triiodotironina (T3) e tiroxina (T4) produzidos na tireóide. Essas substâncias são utilizadas na manutenção de uma série de processos bioquímicos reguladores do funcionamento de diversos órgãos dos seres vivos que possuem esta glândula. O excesso ou a carência desse elemento pode acarretar diversos problemas à saúde. Dessa forma, a ingestão adequada deste nutriente se faz necessário. Neste contexto, o desenvolvimento de métodos visando o controle de qualidade de premix, nutrientes adicionados à ração animal, torna-se importante. Neste trabalho, foi desenvolvido e verificado a qualidade do método para a determinação de iodo em premix mineral usando a técnica de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES)

Resultados e Discussão

As amostras de premix utilizadas neste trabalho apresentavam a seguinte composição: Iodo na forma de iodato de cálcio (1000,00 mg/kg) ou Iodo na forma de iodeto de potássio (1250 mg/kg), óxido de magnésio (360,90 mg/g), enxofre (180,59 mg/g), sulfato de cobalto II (7,50mg/g), selenito de sódio(0,42mg/g), óxido férrico (21,67mg/g), sulfato de manganês (29,38 mg/g), carbonato de zinco (100,77 mg/g), calcário (297,20mg/g). A preparação das amostras consistiu na extração usando 20 g de amostra em 900 mL de citrato de sódio. Após a extração, as amostras foram filtradas usando membrana de fibra de vidro, transferidas para balão volumétrico e diluídas a 1 litro com solução de citrato.

As determinações do analito foram efetuadas usando o equipamento ICP OES Optima 7000 DV (Perkin-Elmer) com sistema automático Dual

Viewing (axial/radial) equipado com sistema ótico Echelle e gerador de RF do estado sólido (40 MHz). Algumas variáveis foram otimizadas por metodologia de superfície de resposta e obtemos 1307 W de potência, 0,89 L min⁻¹ para o fluxo do gás de nebulização e 2,42 L min⁻¹ para a taxa de aspiração da amostra

Para a verificação da qualidade do método proposto, usaram-se as recomendações do MAPA.

As curvas de calibração (do iodato e do iodeto) demonstraram boa linearidade, pois os coeficientes de correlação (R²) apresentaram um valor superior a 0,998. Outro teste estatístico, aplicado foi a ANOVA, com bons resultados, onde se verifica a superioridade da regressão frente aos resíduos. Os modelos foram considerados homocedásticos usando teste de Cochran. Os resíduos se mostraram aleatórios. Não foi constatado efeito matriz, sendo considerado o método seletivo. Os resultados de recuperações variaram entre 86,00 a 93,00 % para o premix iodeto e 79,00 a 90,75 % para o premix iodato. Os métodos também são precisos (baixos valores de CV). Na tabela 1, encontram-se os resultados das amostras analisadas.

Tabela1. Resultados das análises do premix

Iodo	mg/kg	CV (%)
Premix1 (iodato)	857,00	7,04
Premix3 (iodeto)	993,00	7,50
Premix 2 (iodato)	869,00	6,82
Premix 4 (iodeto)	996,00	10,01

Conclusões

As condições de análise foram otimizadas para um melhor desempenho do método. Não houve perdas por volatilização devido ao meio levemente básico utilizado. Os resultados são considerados bons diante da heterogeneidade da matriz.

Agradecimentos

Capes, LQA –UFES, NCQP-UFES

¹ Oliveira, A. A.; Nobrega, J. A.; Pereira Filho, E. R.; Trevizan, L. C.; *Quim. Nova*, **2012**, 35, 1299