

Determinação de minerais em amostras de músculo bovino e castanhas empregando ácido diluído e sistemas de alta pressão (HPA)

Caio F. Gromboni¹(PG), Juliana G. Gonzaga³(IC), Silmara Bianchi¹(PG), Ana Rita A. Nogueira^{1,2}(PQ)

¹ Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).

² Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos SP

³ Centro Universitário Central Paulista, São Carlos SP

Palavras Chave: Preparo de amostras, HPA, ácido diluído, castanhas e músculo.

Introdução

Em uma análise química, a amostra deve ser submetida a um tratamento adequado visando a sua preparação para a determinação dos analitos. Essa etapa de preparo de amostras é fundamental para que a quantificação seja precisa.

No caso de amostras orgânicas ou biológicas é necessário transformar os elementos de interesse em formas inorgânicas simples. Comumente são utilizadas digestões empregando ácidos concentrados, seja em chapas de aquecimento, em blocos digestores, com radiação microondas, ou em sistemas de alta pressão. Araújo et al.¹ propuseram o preparo de amostras com a decomposição de plantas empregando ácido diluído e radiação microondas.

Nesse trabalho foi avaliada a possibilidade da utilização de ácidos diluídos na digestão de amostras complexas (músculo bovino e castanhas) empregando sistemas de alta pressão (HPA).

Resultados e Discussão

Para otimização do sistema o teor de carbono original da amostra de músculo bovino comercial foi determinado em analisador elementar. Foi montado um planejamento experimental 2³ fixando-se a massa de amostra em 1g e variando-se o volume de HNO₃ adicionado em 3 e 5 mL, a concentração ácida em 7 e 14 mol.L⁻¹, e a adição ou não de 2 mL de H₂O₂ 30% m/v. Os teores de carbono residual (TCR) foram determinados por ICP OES².

Tabela 1: Planejamento experimental 2³

Teste	[ácida] (mol L ⁻¹)	Volume de ácido (mL)	Volume de H ₂ O ₂ (mL)	TCR (%)
1	7	3	0	*
2	7	3	2	5,71
3	7	5	0	5,08
4	7	5	2	1,10
5	14	3	0	0,82
6	14	3	2	0,39
7	14	5	0	0,44
8	14	5	2	0,38

* Amostra não digerida
TCR → Teor de Carbono Residual

Os menores valores de TCR foram obtidos utilizando ácido concentrado com H₂O₂. O experimento 4 também remeteu em baixos valores de TCR (1,1 %). No experimento 1 não houve decomposição e os experimentos 2 e 3 apresentaram elevados valores de TCR (>5,00%). Diante desses resultados foram realizados testes univariados para avaliar a concentração ácida de 5 mol L⁻¹. Foram observados TCR <3% utilizando 5 mL de ácido 5 mol L⁻¹ e 2 mL de H₂O₂; com ácido porém sem H₂O₂ não houve digestão completa.

Comparando-se a eficiência de decomposição dos experimentos com o ácido juntamente com peróxido na digestão de músculo certificado (NIST 8414), observa-se que não há diferença significativa entre as concentrações ácidas, todas com eficiência de decomposição acima de 97%. Já para a recuperação dos analitos certificados, utilizando o ácido 5 mol L⁻¹ as recuperações variaram entre 91 e 119% (recuperação média = 100 ± 8); para o ácido 7 mol L⁻¹ as recuperações ficaram entre 90,6 e 107% (recuperação média = 97,4 ± 5,54) e para o ácido concentrado ficaram entre 95 e 123% (recuperação média = 102 ± 8,88).

Após esses experimentos foram digeridas amostras de diferentes castanhas empregando 5 mL de ácido 7 mol L⁻¹ e 2 mL de H₂O₂ sendo determinados Al, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Si, Se, Sr, V e Zn. Empregando quimiometria para tratamento dos dados observou-se a similaridade entre as amostras de castanhas de cotia, amendoim e amêndoa e quais metais caracterizam cada amostra analisada.

Conclusões

O emprego de ácido diluído e HPA possibilitou a determinação dos minerais em músculo bovino e diferentes castanhas, com menores custos, geração de resíduos e menores valores de branco analítico.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq e Anton Parr

¹ Araújo, G.C.L.; Gonzalez, M.H.; Ferreira, A.G.; Nogueira, A.R.A e Nóbrega, J. A. *Spectrochimica Acta B*. **2002**, 57(12), 2121.

² Gouveia, S.T.; Silva, F.V.; Costa, L.M.; Nogueira, A.R.A e Nóbrega, J.A. *Analytica Chimica Acta* **2001**, 445(2), 269