

19° Encontro Nacional de Química Analítica e 7° Congresso Iberoamericano de Química Analítica

16 a 19 de Setembro de 2018

Centro de Eventos e Convenções DiRoma
Caldas Novas - GO



Livro de Resumos

Patrocínio
Ouro:



Patrocínio
Prata:



Patrocinador
Sustentável:



Patrocínio
Bronze:



Cota
Colaborador:



Apoio:



Realização:



Organização:



19° ENCONTRO NACIONAL DE QUÍMICA ANALÍTICA
7° CONGRESSO IBEROAMERICANO DE QUÍMICA ANALÍTICA

LIVRO DE RESUMOS

CENTRO DE EVENTOS E CONVENSÕES DIROMA
CALDAS NOVAS – GO – BRASIL
16-19 DE SETEMBRO DE 2018

ESTUDO COMPARATIVO DE PROCEDIMENTOS DE PREPARO DE AMOSTRAS DE ALIMENTOS EMPREGANDO ÁCIDOS DILUÍDOS PARA A DETERMINAÇÃO DE NUTRIENTES POR TÉCNICAS ESPECTROSCÓPICAS

Mayumi S. Kawamoto* (PG)^{a,b,c}, **Carlos Eduardo Mendes Braz** (PG)^{a,c}, **Ana Rita de A. Nogueira** (PQ)^{a,c}

^aEmbrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP, Brasil, 13.560-970.

^bUniversidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil, 13.566-590.

^cGrupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil.

*e-mail: maykawamoto@gmail.com

De um modo geral, a etapa de preparo de amostras é uma das mais importantes para a determinação de elementos-traço, sendo que métodos de decomposição por via úmida, com aquecimento da amostra na presença de ácidos minerais oxidantes ou mistura de ácidos oxidantes e peróxido de hidrogênio é o procedimento frequentemente empregado. O tipo de ácido, bem como a quantidade utilizada são parâmetros relevantes, seja para questões de segurança, quanto para a eficiência da digestão.¹ O emprego de ácidos diluídos implica na geração de soluções com menor acidez final, na prevenção de ocorrência de danos a equipamentos, na obtenção de menores valores de branco e no favorecimento dos processos de oxidação. A digestão assistida por radiação micro-ondas é considerada o estado da arte em preparo de amostras, contudo os custos relacionados à instalação, manutenção e acessórios deste tipo de equipamento faz com que blocos digestores continuem a ser utilizados pelos laboratórios que realizam rotinas de análises, considerando a facilidade associada à sua instalação e operação.² Nesse contexto, três procedimentos de decomposição de amostras em bloco digestor foram avaliados, empregando frascos de PFA (perfluoroalcóxi) rosqueáveis de baixa pressão (Saville, Minnetonka, USA), para massa de 250 mg de quatro materiais de referência certificados (CRM): NIST 1515 (*Apple leaves*), NIST 1573a (*Tomato leaves*), NIST 1577c (*Bovine liver*) e DOLT-5 (*Dogfish liver*): 1. 10 mL de HNO₃ (7 mol L⁻¹) + 2 mL de H₂O₂ (30% m m⁻¹); 2. 12 mL da mistura HCl:HNO₃:H₂O (1:3:4); e 3. 10 mL da mistura HCl:HNO₃:H₂O (1:3:4) + 2 mL de H₂O₂ (30% m m⁻¹). Os procedimentos foram conduzidos com aquecimento a 120°C por 2h. Para fins de comparação, digestão assistida por radiação micro-ondas (ETHOS-1, Milestone, Itália) foi realizada, com a adição de 6 mL de HNO₃ (7 mol L⁻¹) e 2 mL de H₂O₂ (30% m m⁻¹) a 250 mg de amostra. Após diluição, a determinação dos teores dos analitos foi realizada por ICP OES (Agilent 5100) e MIP OES (Agilent 4200). Os elementos avaliados foram Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn e a exatidão dos procedimentos foi verificada pelas massas características obtidas em relação aos valores certificados dos CRMs. Os limites de detecção variaram de 0,008 mg kg⁻¹ a 0,024 g kg⁻¹. A avaliação estatística dos resultados foi realizada por meio da análise de variância com fator único (ANOVA), comparando-se os resultados obtidos com relação às matrizes avaliadas.

1Krug, F.J. (Ed.). Métodos de Preparo de Amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar. Piracicaba, 2010.

2Oliveira, A.F., Silva, C. S., Bianchi, S. R. & Nogueira, A. R. A. Journal of Food Composition and Analysis. 2018, 66, 7-12.

Agradecimentos: Capes, CNPq, INCTAA.