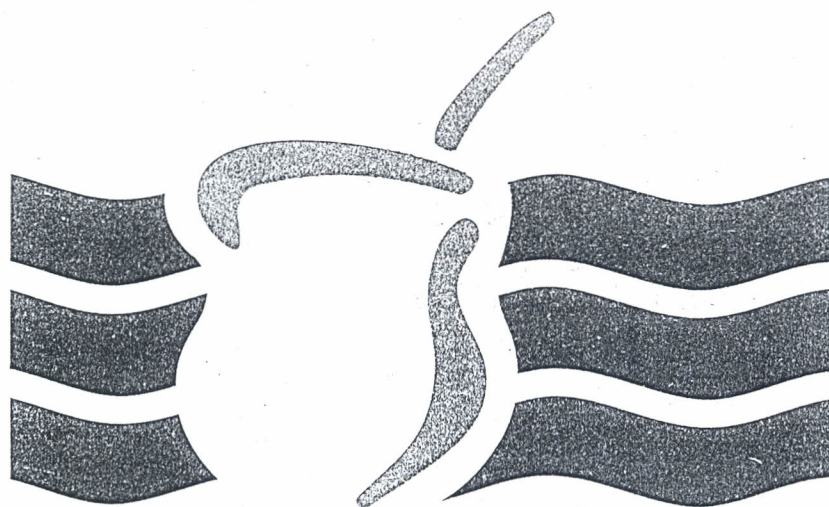


**encontro nacional de
química analítica**



10º ENQQA

Livro de Resumos

**química
analítica
e qualidade
das águas**

31 agosto a 03 setembro

PROCI-1999.00018
GOU
1999
SP-1999.00018

TA - 3

MOAGEM CRIOGÊNICA E AQUECIMENTO POR INFRA-VERMELHO COMO ALTERNATIVAS PARA O PREPARO DE AMOSTRAS

Sandro T. Gouveia^{1,2} (PG), Gisele Simone Lopes^{1,2} (PG), Joaquim A. Nóbrega¹ (PQ),

Ana Rita de Araújo Nogueira³ (PQ) e Orlando Fatibello-Filho¹ (PQ)

1. Depto de Química, Universidade Federal de São Carlos,

Caixa Postal 676, São Carlos, SP 13560-970 (sandro@dq.ufscar.br)

2. Depto de Química Analítica e Físico Química, Universidade Federal do Ceará

3. Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP

palavras-chave: PREPARO DE AMOSTRAS, MOAGEM CRIOGÊNICA, INFRA-VERMELHO

O preparo de amostras frequentemente envolve uma etapa de diminuição de partículas visando garantir homogeneidade e velocidade de decomposição. Por sua vez, a etapa de decomposição geralmente é executada recorrendo-se a alguma fonte externa de calor para promoção de reações químicas.

Neste trabalho investigou-se o emprego combinado de moagem criogênica e aquecimento assistido por infra-vermelho como alternativas para o preparo de amostras de cereais matinais contendo fibras e frutas secas com composição variada e diferentes tamanhos de partícula.

A moagem criogênica foi realizada em moinho Spex utilizando nitrogênio líquido para congelamento das amostras. O programa de moagem foi desenvolvido em 4 min envolvendo congelamento e moagem de 1,0 g amostra. Após a moagem, as amostras foram submetidas a radiação infra-vermelho em meio oxidante em um sistema contendo 3 lâmpadas (15 V, 150 W, Osram) ligadas em série. A decomposição de 250 mg de amostra assistida por radiação infra-vermelho foi conduzida em meio de HNO₃ e H₂O₂ na proporção de 2:1 v/v. O aquecimento foi promovido durante 180 s. A determinação de Fe, Mn e Zn foi feita por espectrometria de absorção atômica com chama (Varian). Os resultados obtidos foram comparados com aqueles gerados com tratamento de amostras assistida por microondas em recipientes fechados (Ethos 1600, Milestone).

A pesagem direta das amostras e posterior decomposição confirmaram que, apesar da eficácia do processo de decomposição mesmo para partículas maiores, a representatividade da amostragem foi prejudicada devido à heterogeneidade da amostra. Nesse caso os desvios padrão relativos (rsd) foram de até 70%. Os resultados obtidos com a etapa prévia de moagem criogênica seguida por decomposição assistida por microondas ou por infra-vermelho foram coincidentes para Fe, Mn e Zn. Nesse caso, os valores de rsd foram inferiores a 4,0%. Para uma das amostras ocorreu perda de Zn por volatilização no procedimento com radiação infra-vermelho, provavelmente devido a um super-aquecimento localizado e ao tipo de frasco empregado. Quando comparada a outros procedimentos de redução de tamanho de partículas, tais como moinho de bolas e agitação em alta velocidade (20.000 rpm), o procedimento de moagem criogênica se mostrou mais efetivo e rápido.

CNPq-PADCT, FAPESP (1997/4323-4, 98/10814-3), PICD-CAPES

Moagem criogenica e aquecimento
1999 SP-PP-1999.00018



CPPSE-12549-1