

PREPARO DE AMOSTRAS EM FASE VAPOR UTILIZANDO MICROONDAS FOCALIZADO COM RECIPIENTE ABERTO

Geórgia C. L. Araújo (PG)¹, Joaquim A. Nóbrega(PQ)¹

Ana Rita A. Nogueira (PQ)²

¹Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, S. Carlos SP

²Embrapa Pecuária Sudeste, C.P. 339, 13560-970, S. Carlos SP

palavras-chave: DECOMPOSIÇÃO EM FASE VAPOR, MICROONDAS FOCALIZADO, PREPARO DE AMOSTRAS

No desenvolvimento das técnicas analíticas para a determinação de baixas concentrações se faz necessário o aprimoramento do preparo de amostras, reduzindo etapas de manipulação e minimizando riscos de contaminação. A decomposição ácida em fase vapor tem sido empregada em microondas fechados com alta pressão, permitindo apenas a utilização de massas e volumes reduzidos de amostras e reagentes. Este trabalho propõe a decomposição de amostras a partir de digestão ácida em fase vapor em recipiente aberto com uso de microondas focalizado. Para tanto, foi desenvolvido um suporte em Teflon[®] no qual foram inseridos 4 recipientes para amostras. Visando minimizar etapas de manipulação, os recipientes foram dimensionados para uso direto no autoamostrador do espectrômetro de absorção atômica com forno de grafite (GFAAS Varian, AA-800 Z). As amostras foram pesadas diretamente nos recipientes (ca. 30 mg), aos quais foram adicionados 100 µL de água desionizada, para auxiliar a ação do vapor ácido. O suporte foi introduzido em frasco de vidro do microondas focalizado (STAR-6, CEM), contendo 20 mL de HNO₃ conc. Submeteu-se o conjunto a aquecimento (4 min de rampa e 10 min de patamar, temperatura máxima, 110°C). A seguir cada frasco recebeu 1 mL de solução HNO₃ (0,14 mol L⁻¹) e foi agitado (4 min) e centrifugado (6 min). Teores de Co no sobrenadante foram determinados por GFAAS, sendo empregados MgNO₃ como modificador (temperaturas de pirólise e atomização 1100°C e 2300°C, respectivamente). Testes envolvendo extração com solução HNO₃ 0,14 mol L⁻¹, não utilização de água durante o processo de decomposição e estudos de possível contaminação por arraste de Co pelo vapor ácido permitiram verificar que a fase vapor é eficaz na extração de Co nas amostras estudadas, não apresentando problemas de contaminação e que a adição de água às amostras é necessária. O procedimento proposto apresentou resultados estatisticamente equivalentes (teste *t*) aos obtidos com decomposição em microondas fechado e aos teores certificados (Tabela 1).

Tabela 1. Teores de Co em amostras certificadas e obtidos por digestão ácida em fase vapor com microondas focalizado em recipientes abertos

Amostra	Teor Certificado (µg kg ⁻¹)	Teor obtido (µg kg ⁻¹)
espinafre (NIST-1570a)	0,39 ± 0,05	0,31 ± 0,03
folha de maçã (NIST 1515)	0,09*	0,08 ± 0,01
fígado bovino	0,16 ± 0,01**	0,15 ± 0,01

*desvio padrão não disponível; **decomposição total em microondas fechado

FAPESP (1997/4323-4, 98/10814-3), EMBRAPA (12.099.010), CNPq