

**DETERMINAÇÃO DE CARBONO RESIDUAL POR ICP-OES's
COM CONFIGURAÇÕES AXIAL E RADIAL**

*Leticia M. Costa¹ (PG), Sandro T. Gouveia² (PQ), Fernando V. Silva^{1,2} (PG),
Ana Rita A. Nogueira² (PQ), Orlando Fatibello-Filho¹ (PQ) e
Joaquim A. Nóbrega¹ (PQ)*

Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química,
Universidade Federal de São Carlos, Caixa Postal 676, São Carlos, SP, 13560-970
EMBRAPA Pecuária Sudeste, São Carlos, SP
Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE
djan@terra.com.br

Carbono residual, ICP-OES, Configurações axial e radial

O teor de carbono residual (RCC) é um parâmetro importante para avaliar a eficácia de um procedimento de decomposição e pode afetar o desempenho de técnicas instrumentais. O RCC pode ser determinado por espectrometria de emissão ótica com plasma induzido (ICP-OES). Neste trabalho avaliou-se o desempenho de ICP-OES's com configurações axial e radial para a determinação do RCC. O procedimento de decomposição assistido por microondas foi aplicado para amostras de fígado bovino e soja usando HNO_3 ou a mistura $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ em frascos fechados (Ethos 1600, Milestone). Os efeitos do tipo de fonte de carbono (uréia, L-cisteína e glicose), concentração ácida do digerido e padrão interno (Y) sobre a determinação do RCC foram avaliados. Todas as medidas foram executadas em dois ICP-OES's (Vista, Varian) usando três linhas de emissão atômicas: 247,857, 193,025 e 175,121 nm. A fonte de carbono não afetou significativamente as intensidades de emissão em ambas as configurações. A sensibilidade usando a configuração axial foi 20 vezes superior àquela atingida com visão radial para medidas executadas no comprimento de onda 193,025 nm, que é o comprimento de onda de maior intensidade relativa de emissão. Elevadas concentrações de Fe ($> 100 \text{ mg L}^{-1}$) causaram interferência espectral nas medidas com a configuração radial. Essa interferência não ocorreu com a configuração axial; porém medidas feitas no comprimento de onda de 247,857 nm foram interferidas por Fe nessa configuração. Um experimento de adição-recuperação foi feito adicionando-se uréia aos digeridos e determinando-se o RCC por ICP-OES com configuração axial. Todas as recuperações obtidas estavam na faixa de $100 \pm 5 \%$ e todas as medidas apresentaram desvios padrão relativos inferiores a 2% ($n = 10$). Os limites de detecção foram 33,0 e 34,0 mg L^{-1} C com configurações radial e axial, respectivamente. Apesar da melhor sensibilidade, o limite de detecção com a configuração axial foi deteriorado pela intensidade do sinal de fundo. Resultados obtidos em ambas as configurações foram concordantes para um nível de confiança de 95%. As principais vantagens da determinação do RCC usando ICP-OES com configuração axial são a maior sensibilidade, a ausência de interferências espectrais causadas por Fe no comprimento de onda de máxima sensibilidade e a melhor repetibilidade das medidas.

FAPESP, CNPq, CAPES/PICDT