

DECOMPOSIÇÃO DE TECIDOS ANIMAIS E VEGETAIS ASSISTIDA POR MICROONDAS USANDO UM ÚNICO PROGRAMA DE AQUECIMENTO

*Elma Neide V. M. Carrilho¹ (PQ), Mário H. Gonzalez^{1,2} (IC), Ana Rita A. Nogueira¹ (PQ),
Joaquim A. Nóbrega² (PQ), Geraldo M. Cruz¹ (PQ),*

1. Embrapa Pecuária Sudeste; 2. Grupo de Análise Instrumental Aplicada - Departamento de Química
Universidade Federal de São Carlos

PALAVRAS-CHAVE: DIGESTÃO ASSISTIDA POR MICROONDAS; AMOSTRAS AGRONÔMICAS; ICP-OES

Técnicas baseadas em radiação de microondas têm sido eficientemente usadas no preparo de amostras previamente à análise elementar. Energia de microondas como fonte de calor em decomposição ácida vem sendo usada em análise de rotina, envolvendo a decomposição total ou parcial da amostra, com eficaz eliminação da fração orgânica.

Amostras bovinas (couro, vísceras, carcaça, sangue, costela e cabeça/patas) e de forrageiras (coast cross) foram decompostas em forno de microondas operando a altas pressão e temperatura. O procedimento envolveu a decomposição desses materiais previamente à determinação multielementar (Al, Ba, Ca, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, S, Se, V e Zn) por espectrometria de emissão ótica com plasma induzido (ICP-OES) usando um programa único de aquecimento. As amostras bovinas foram previamente liofilizadas e moídas em moinho criogênico e armazenadas em temperaturas $< 5^{\circ}\text{C}$. Após colheita, as forrageiras foram secas em forno com circulação forçada de ar a 65°C por 48 h e moídas em moinho de facas. A massa de amostra empregada foi de aproximadamente 300 mg e a mistura de reagentes usada na decomposição foi 2 mL de HNO_3 65 % v/v e 1 mL de H_2O_2 30 % v/v. Materiais de referência certificados (fígado e músculo bovinos, e folhas de maçã) foram usados para avaliar a exatidão do método. O programa único de temperatura ($T = 120\text{-}240^{\circ}\text{C}$; $P = 25\text{-}750$; W ; $t = 19$ min), sob alta pressão, resultou em digeridos homogêneos, límpidos e incolores, destruindo com eficiência a matriz orgânica presente nas amostras. O procedimento de moagem criogênica reduziu o tamanho de partícula das amostras, promovendo aumento da área superficial para melhor ataque ácido durante a decomposição. A exatidão da análise multielementar por ICP-OES foi indicada pela concordância em nível de confiança de 95 % entre os valores certificados e determinados dos elementos nos materiais de referência de tecidos bovinos e vegetais. Em vista desses resultados, o procedimento usado para a decomposição das amostras mostrou-se apropriado para análise elementar, gerando eficiente recuperação e baixo desvio padrão relativo ($\text{RSD} < 5\%$, $n=3$), exibido para a maioria dos elementos.

FAPESP, CNPq