

AVALIAÇÃO DE PROCEDIMENTOS PARA PREPARO DE AMOSTRAS DE URINA E FEZES DE CARNEIRO VISANDO A DETERMINAÇÃO DE MINERAIS

Edilene C. Ferreira^{1,2} (PG), ***Ana Rita A. Nogueira***² (PQ), ***Joaquim A. Nóbrega***¹ (PQ)

Grupo De Análise Instrumental Aplicada – Gaia

¹Dep. de Química - Universidade Federal de São Carlos - São Carlos - SP

²Embrapa Pecuária Sudeste - São Carlos – SP, edilene@dq.ufscar.br

Palavras-chave: Preparo de amostra, ácidos diluídos, suspensão, ICP-OES

A preocupação com o desenvolvimento da química limpa, com geração de menores quantidades de resíduos tóxicos, aliada à geração de resultados representativos é fundamental no desenvolvimento de métodos analíticos. Neste trabalho foram avaliados diferentes procedimentos para o preparo de amostras de urina e fezes de carneiro para determinação do conteúdo mineral. Decomposição ácida em forno de microondas foi estudada para as amostras de fezes, avaliando a influência da concentração de ácido nítrico (C_{HNO_3}) e do volume de peróxido de hidrogênio 30% v/v ($V_{H_2O_2}$). As variáveis escolhidas foram estudadas em dois níveis segundo um planejamento fatorial 2^2 , perfazendo um total de quatro experimentos, realizados em triplicatas. Foram utilizados ca. de 0,3 g de amostra de fezes e os níveis das variáveis estudadas foram 1,4 e 7,0 mol l^{-1} para C_{HNO_3} e 1 e 3 ml para $V_{H_2O_2}$. O volume de ácido nítrico utilizado em todos os experimentos foi de 5 ml e o volume final de todos os frascos foi 8 ml, completados com água desmineralizada, quando necessário. Após a decomposição, os digeridos foram submetidos à quantificação dos teores de $C_{residual}$, Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES). Para as amostras de urina foi realizado um estudo comparativo entre a digestão ácida em forno de microondas e a análise direta na forma de suspensão. A digestão foi realizada utilizando 3 ml de amostra, 2 ml de ácido nítrico 7 mol l^{-1} e 1 ml de peróxido de hidrogênio (30% v/v) sendo o volume final completado para 30 ml. A suspensão contendo 10% de amostra de urina foi preparada em meio a uma mistura (1:3) Triton X-100 : ácido nítrico. Os minerais Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn foram também determinados nas amostras de urina por ICP-OES. Os resultados para as amostras de fezes mostraram que os menores teores de $C_{residual}$ foram obtidos com maior volume de peróxido de hidrogênio indicando a forte influência do peróxido na decomposição. O efeito da concentração ácida não foi estatisticamente importante. A disponibilização dos minerais também não foi afetada pela redução da concentração ácida, confirmando a eficiência do emprego de ácidos diluídos na decomposição. Boa correlação foi encontrada entre os procedimentos estudados para as amostras de urina, indicando a possibilidade da análise direta de suspensões. O emprego desses procedimentos alternativos enfatiza a tendência de menor manipulação da amostra com uso de menores quantidades de reagentes, gerando menos resíduos e mantendo a confiabilidade dos resultados.