13º ENQA

1º CIAQA Congresso Ibero-Americano de Química Analítica

DIGESTÃO DE AMOSTRAS DE TECIDO ANIMAL ASSISTIDA POR RADIAÇÃO MICROONDAS EMPREGANDO ÁCIDOS DILUÍDOS: EFICIÊNCIA DECOMPOSIÇÃO E RECUPERAÇÃO DE MINERAIS

Mário Henrique Gonzalez[1,2](PG), Elma N. V. M. Carrilho[4](PQ), Joaquim A. Nóbrega[1,3] (PQ), Ana Rita. A. Nogueira[1,3] (PQ)
mahenrique@iqsc.usp.br
[1] *Grupo de Análise Instrumental Aplicada. Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos SP*
[2] *Instituto de Química, Universidade de São Paulo, IQSC-USP, São Carlos SP*
[3] *Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos SP*
[4] *Departamento de Zootecnia, FCAV UNESP, Jaboticabal SP*

Em geral, a etapa de preparo da amostra em procedimentos analíticos faz uso de rotinas complicadas, tornando o procedimento analítico muitas vezes moroso e passível de contaminação. Além da decomposição da matéria orgânica para disponibilização dos analitos de interesse, a metodologia de preparo da amostra deve ser adequada às limitações da técnica de detecção analítica. Experimentos que envolvem a quantificação de elementos inorgânicos necessitam de uma etapa de preparo da amostra, sendo essa a mais lenta nesse tipo de análise. O preparo da amostras por via úmida ou seca é comumente utilizado, porém esses métodos apresentam limitações. A digestão por via seca tem como desvantagem a possibilidade de perda dos analitos voláteis, dificuldades envolvendo combustão do resíduo e o risco de contaminação[1]. A digestão úmida num sistema aberto é laboriosa, dispendiosa e associada a riscos de perda e contaminação, bem como a ignição da amostra. Outra desvantagem deste método é a evolução de óxidos de nitrogênio em quantidades consideráveis. Fornos com radiação microondas têm sido freqüentemente utilizados, associados à digestão ácida, o que permite a redução no tempo de preparo da amostra. Vários parâmetros são relevantes, como a massa da amostra, volume dos reagentes, a temperatura, a pressão, o tipo do ácido e a concentração da mistura oxidante. O ácido nítrico, prioritariamente adotado pela sua simples manipulação, fácil purificação e alta capacidade oxidante para compostos orgânicos em amostras biológicas, tem seu poder oxidante potencializado quando associado a altas pressões[2]. Neste enfoque, soluções de ácido nítrico diluído com adição de peróxido de hidrogênio como agente oxidante auxiliar têm sido empregadas na digestão de amostras assistidas por radiação microondas. Essa estratégia permite a obtenção de baixos valores de branco, baixos desvios padrão e o aumento da capacidade de análise, pois não há necessidade de grandes diluições para que a solução do digerido se adeqüe às requisições da técnica de determinação. O objetivo do presente estudo foi averiguar a recuperação de analitos e a determinação dos teores de carbono remanescentes e a caracterização das soluções resultantes após a decomposição com soluções de ácido nítrico concentrado e diluído (respectivamente 14,0 e 7,0 mol L^{-1} HNO_3) em tecido animal (fígado e músculo bovino – NIST 1577b e NIST 8414). A eficiência do processo de digestão foi determinada quantificando-se os teores de carbono original e residual nas amostras e soluções digeridas, respectivamente. O teor de carbono total foi determinado por um analisador elementar enquanto o teor de carbono residual por ICP OES[3]. A recuperação de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na, P e Zn foram próximas as dos valores certificados para ambas as soluções digestoras. Os teores de carbono remanescentes foram próximos, 21,4% e 23,8% de C respectivamente para soluções de ácidos diluídos e concentrados. Os resíduos das soluções digestoras foram analisados por ^1H NMR, sendo que a separação e caracterização dos compostos se encontram em andamento. O emprego de ácidos diluídos confirma ser uma alternativa viável a ser aplicada a amostras com diferentes características, além da vantagem da minimização de resíduos e reduções nos custos de análises.

1. Kingston, H.M. & Jassie, L.B.. – *Introdution Microwave Sample Preparation Theory and Pratice*, ACS Professional Reference Book, 76, Washington, (1997)
2. Araujo, G.C., Gonzalez, M.H., Ferreira, A.G., Nogueira, A.R.A., Nóbrega, J.A., - *Spectr. Acta B,* 57 (12) (2002) 2121-2132.
3. Gouveia, S.T., Silva, F.V., Nóbrega, J.A., Nogueira, A.R.A., Anal. Chim. Acta, 445(2002)268.

FAPESP, CNPq e CAPES