



CARACTERIZAÇÃO DOS PRODUTOS REACIONAIS RESULTANTES DA DIGESTÃO ÁCIDA DE MATERIAIS BIOLÓGICOS ASSISTIDA POR RADIAÇÃO MICROONDAS

Mário H. Gonzalez (PG)^{1,2}, Regina V. Oliveira (PQ)¹, Lucimara A. Forato (PQ)³, Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹, Ana Rita A. Nogueira (PQ)^{4*}

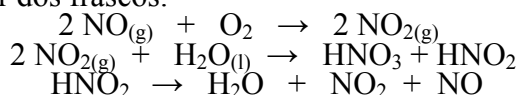
oliveirarv@dq.ufscar.br

¹Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP; ²Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos SP; ³Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP; ⁴Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

Palavras Chave: digestão, radiação microondas, ácidos diluídos, materiais biológicos, ácido nitrobenzóico, HPLC v/v/v) + 0,05% v/v de TFA, 1,0 mL/min e $\lambda = 254$ nm

Introdução

Digestão assistida por radiação microondas empregando ácidos diluídos é uma alternativa viável para a geração de soluções adequadas para a determinação de constituintes inorgânicos por técnicas espectroanalíticas. Soluções de ácido nítrico diluído quando aquecidas, sob altas pressão e temperatura, tem como principal produto o NO. O óxido nítrico reage com oxigênio presente na fase gasosa dentro dos frascos de reação, gerando NO₂, que é reabsorvido na solução, seguido por reações de desproporcionamento gerando espécies NO₃ e NO. Esse ciclo é repetido enquanto existe O₂ disponível nos frascos fechados¹. As equações abaixo representam as reações ocorridas no interior dos frascos.



Entretanto, a eficiência do processo depende das características originais das amostras. A eficiência de decomposição foi avaliada considerando os produtos presentes nas soluções após decomposição de amostras biológicas.

Experimental

Amostras de músculo, vísceras e sangue bovino e de forrageira e grãos de soja foram digeridas por radiação microondas empregando diferentes concentrações de HNO₃ (2,0, 7,0 e 14 mol L⁻¹). Foram avaliados os teores de carbono residual, determinação elementar por ICP OES e os resíduos foram caracterizados inicialmente por técnicas espectroscópicas (¹H RMN) para identificação dos compostos orgânicos remanescentes. As separações dos isômeros de ácido nitrobenzóico empregando HPLC-UV foram obtidas utilizando fase estacionária C₁₈ e fase móvel H₂O:Acetonitrila:Metanol (75:20:5

Resultados e Discussão

O emprego da solução HNO₃ 7,0 mol L⁻¹ propiciou a recuperação de analitos com quantidades de carbono orgânico residual e desvios padrão menores quando comparado com HNO₃ concentrado. Os espectros de ressonância magnética nuclear de prótons (RMN ¹H) obtidos com as soluções ácidas diluídas foram simples e menos complexos do que aqueles obtidos para maiores concentrações ácidas. Com o emprego de soluções ácidas mais diluídas, foi perceptível o decréscimo na concentração dos isômeros formados nas soluções resultantes após a decomposição ácida. Também se conclui, a partir das intensidades de absorção de cada analito, que o isômero *m*-NBA² pode ser o composto residual mais representativo para esse grupo de amostras. Análises quantitativas serão posteriormente realizadas.

Conclusões

A comparação entre os resíduos produzidos e a composição química original das amostras demonstra que as matrizes biológicas contendo aminoácidos, proteínas e lipídeos em sua estrutura geram isômeros de ácido nitrobenzóico e outros compostos orgânicos decorrentes dos processos de clivagem de ligações químicas.

Agradecimentos

À FAPESP, CAPES, CNPq.

[1]. Trevisan, L.C.; Donati, G.L.; Nogueira, A.R.A.; e Nóbrega, J.A.; In - Arruda, M.A.Z. Ed., Trends in Sample Preparation. New York, Nova Science Pub., (2007).

[2]. Pratt, K., W.; Kingston, H.M.; MacCrehen, W., A.; Koch, W., F.; Anal. Chem., (1988), 60, 2024-2027..