

## **Emprego de ácido diluído e sistemas de alta pressão para determinação de minerais em amostras complexas**

Caio Fernando Gromboni<sup>1</sup>; Juliana Gracielle Gonzaga Gromboni<sup>2</sup>; Silmara Bianchi<sup>1</sup>; Ana Rita Araujo Nogueira<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Alunos de doutorado em Química Analítica, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, caioquimica@yahoo.com.br;

<sup>3</sup>Aluna de graduação em Biologia, Centro Universitário Central Paulista, São Carlos, SP;

<sup>2</sup>Pesquisadora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

Em uma análise química, a amostra deve ser submetida a um tratamento adequado para a sua preparação para a determinação dos analitos. Nesse trabalho foi avaliada a possibilidade da utilização de ácidos diluídos na digestão de amostras complexas (músculo bovino e castanhas) com o emprego de sistemas de alta pressão (HPA). Para otimização do sistema, o teor de carbono original da amostra de músculo bovino comercial foi determinado em analisador elementar. Foi montado um planejamento experimental  $2^3$  fixando-se a massa de amostra em 1g e variando-se o volume de  $\text{HNO}_3$  adicionado em 3 e 5 mL, a concentração ácida em 7 e 14  $\text{mol L}^{-1}$ , e a adição ou não de 2 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% m/v. Os teores de carbono residual (TCR) foram determinados por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Os menores valores de TCR foram obtidos com a utilização de ácido concentrado com  $\text{H}_2\text{O}_2$ . No experimento com 3 mL de  $\text{HNO}_3$  7  $\text{mol L}^{-1}$  não houve decomposição. Foram realizados testes univariados para a concentração 5  $\text{mol L}^{-1}$   $\text{HNO}_3$ . Foram observados TCR <3% com o uso de 5 mL de ácido nítrico 5  $\text{mol L}^{-1}$  e 5 e 2 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$ ; na ausência de  $\text{H}_2\text{O}_2$  não ocorreu digestão. Comparando-se a eficiência de decomposição dos diferentes experimentos com o ácido juntamente com peróxido na digestão de amostra de músculo bovino certificado (NIST 8414), observa-se que não há diferença significativa entre as concentrações ácidas, que apresentaram eficiência de decomposição acima de 97%. Já para a recuperação dos analitos certificados, utilizando o ácido 5  $\text{mol L}^{-1}$   $\text{HNO}_3$  as recuperações variaram entre 91 e 119%; para 7  $\text{mol L}^{-1}$   $\text{HNO}_3$  as recuperações ficaram entre 90,6 e 107% e para o ácido concentrado (14  $\text{mol L}^{-1}$ ) ficaram entre 95 e 123%. Após esses experimentos foram digeridas amostras de diferentes castanhas, com o emprego de 5 mL de ácido 7  $\text{mol L}^{-1}$  e 2 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , e determinadas as concentrações de Al, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Si, Se, Sr, V e Zn. Empregou-se quimiometria para tratar os dados e observou-se a similaridade entre amostras de castanhas de cotia, amendoim e amêndoa e os metais que caracterizam cada amostra.

**Apoio financeiro:** Embrapa, CNPq e FAPESP.

**Área:** Instrumentação