

EFEITO DA CONCENTRAÇÃO ÁCIDA NA DIGESTÃO DE AMOSTRAS VEGETAIS ASSISTIDA POR MICROONDAS COM CAVIDADE

Geórgia Christina Labuto Araújo^{a,b}, Joaquim A. Nóbrega^b e Ana Rita A. Nogueira^a

^aGrupo de Análise Instrumental Aplicada (GAIA) - Embrapa Pecuária Sudeste

^bDepartamento de Química, Universidade Federal de São Carlos.

labuto@dq.ufscar.br

Palavras-chave: ácidos diluídos, preparo de amostras, microondas com cavidade

INTRODUÇÃO

Um procedimento ideal para digestão de amostras deve ser rápido e gerar digeridos com características físicas e químicas compatíveis com a técnica analítica empregada para medida dos analitos de interesse.

Freqüentemente são adotadas condições agressivas para uma decomposição quantitativa de compostos orgânicos presentes em amostras vegetais.

As altas temperaturas e pressões em um microondas com cavidade proporcionam condições severas de reação sem a necessidade do emprego de quantidades elevadas de ácidos oxidantes. Contudo, são raros os trabalhos publicados que realizaram uma investigação sistemática do emprego dessas condições associadas a estudos de redução da concentração ácida. Neste estudo foram realizadas digestões de amostras do forrageira do gênero *Paspalum*, empregada na alimentação de gado, com soluções ácidas diluídas e peróxido de hidrogênio. Foram determinados os teores de analitos de interesse nutricional, carbono residual e investigada a composição dos resíduos da digestão.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Amostras de 250 mg de *Paspalum* foram digeridas empregando-se 2 mL de soluções de diferentes concentrações de HNO₃ (2,0, 3,0, 5,0, 7,0 e 14 mol L⁻¹) mais 1 mL de H₂O₂ (30 % v v⁻¹) e microondas com cavidade. A eficiência de digestão foi avaliada medindo-se os teores de carbono residual (RCC) e de 11 analitos de interesse com um espectrômetro de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) com visão axial.

Materiais de referência certificados foram empregados para avaliação da exatidão quando utilizado HNO₃ 2 mol L⁻¹. Foi determinada a acidez final de cada digerido e investigadas as características químicas dos resíduos orgânicos solúveis por RMN (ressonância magnética nuclear). Todos os experimentos foram realizados em triplicata.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os teores de carbono residual para amostras digeridas com a solução mais diluída empregada foram menores que 13 % m v⁻¹. Isto mostra que a alta pressão produzida na digestão com frascos fechados possibilita uma ação oxidativa do HNO₃ mais eficiente devido ao conseqüente aumento da temperatura mesmo quando este reagente não é empregado em altas concentrações.

Os espectros gerados por RMN apresentaram diferentes classes de compostos orgânicos, mesmo quando a diferença dos teores de carbono residual não eram consideráveis. Os espectros foram mais simples para os resíduos de amostras digeridas com misturas ácidas mais diluídas.

De acordo com a titulação ácido-base dos digeridos a acidez residual variou de 1,2 a 4,0 mol L⁻¹, dependendo da concentração ácida inicial.

A recuperação dos analitos em material de referência certificado digerido com a solução HNO₃ 2 mol L⁻¹ foi equivalente aos teores certificados (Tabela 1).

Estes estudos permitem concluir que materiais vegetais podem ser digeridos empregando-se microondas com cavidade e condições oxidantes menos severas sem afetar a recuperação dos analitos e favorecendo a introdução dos digeridos em equipamentos sensíveis a concentração ácida.

Tabela 1 – Teores (mg L⁻¹) de alguns analitos em amostras digeridas com HNO₃ 2 mol L⁻¹.

Amostra		Cu	Fe	Mn
Folha de espinafre (NIST 1570a)	C	12,2 ± 0,6	**	75,9 ± 1,9
	E	11,8 ± 1,0	32,0 ± 4,2	72,1 ± 2,5
Farelo de milho (NIST 8433)	C	2,47 ± 0,40	14,8 ± 1,8	2,55 ± 0,29
	E	1,95 ± 0,20	15,8 ± 0,6	2,63 ± 0,11
<i>P. rognellii</i>		9,4 ± 0,2	197 ± 13	132 ± 4
<i>P. guanoarum</i>		9,2 ± 0,1	188 ± 8	127 ± 1
<i>P. glaucescens</i>		6,6 ± 0,1	125 ± 5	193 ± 2
<i>P. notatum</i>		3,9 ± 0,1	119 ± 5	165 ± 3

C = valor certificado

E = valor encontrado

AGRADECIMENTOS
FAPESP, CNPq

CPPSE
9324 AIN
SEPARATAS