

Avaliação de Autoclave Assistida por Micro-ondas para Decomposição de Sementes Oleaginosas e Determinação Elementar por ICP-OES

Cristiano C. Muller (PG), Michele S. P. Enders (PG), Juliana P. Souza (IC), Kellen F. Anschou (IC), Claudia S. Barin (PQ), Cezar A. Bizzi (PQ), José N. G. Paniz (PQ), Edson I. Muller* (PQ)

* edson_muller@yahoo.com.br

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria. 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil.

Palavras Chave: autoclave, micro-ondas, sementes, ICP-OES.

Introdução

O consumo de sementes com elevado teor lipídico tem aumentado, devido o caráter benéfico deste tipo de alimentação para saúde. Neste sentido, faz-se necessário a determinação dos elementos traço presentes nestes alimentos, já que alguns destes elementos são considerados tóxicos. Contudo, estas sementes apresentam elevado teor lipídico e podem apresentar digeridos com elevado teor de carbono residual (RCC). Ácidos graxos poli-insaturados presentes em algumas sementes (castanha de caju, do Pará, etc) não são, completamente, decompostas utilizando decomposição por via úmida com ácidos concentrados e aquecimento com radiação micro-ondas. Trabalhos reportados na literatura têm mostrado que digeridos com RCC superior a 5000 mg L⁻¹ tem afetado a exatidão na determinação de elementos traço por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).¹ Desta forma, fabricantes têm proposto modificações nos sistemas de micro-ondas com o objetivo de aumentar a eficiência de digestão de compostos refratários à oxidação por via úmida com ácidos concentrados. Recentemente, foi proposto um sistema de digestão por autoclave assistida por microondas (*single reaction chamber* – SRC, Milestone®) que atinge temperaturas e pressões de até 300 °C e 199 bar, respectivamente. O objetivo deste trabalho foi avaliar a digestão em autoclave assistida por micro-ondas para a decomposição de sementes com alto teor lipídico a posterior determinação de elementos traço ICP OES.

Resultados e Discussão

As decomposições foram feitas utilizando frascos de quartzo de 15 mL e 6 mL de HNO₃ concentrado. As determinações de elementos-traço e carbono (RCC) foram feitas em espectrômetro de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (Perkin Elmer, modelo Optima 4300DV, Shelton, EUA). Massas de até 1,5 g de sementes com elevado teor lipídico foram eficientemente decompostas. A temperatura e pressão permaneceram em 280°C de 120 bar, respectivamente durante todo período de aquecimento. Valores de RCC inferiores a 2500 mg

L⁻¹ foram obtidos para todos os digeridos. Valores de acidez residual equivalentes a 5% do ácido nítrico inicial foram obtidos. A exatidão foi avaliada utilizando 3 diferentes materiais de referência certificados (*oyster tissue, milk powder e dogfish liver*) com concordância superior a 95%. Os limites de detecção foram inferiores a 0,8 mg kg⁻¹. Os resultados para os elementos traço estão mostrados na Tabela 1.

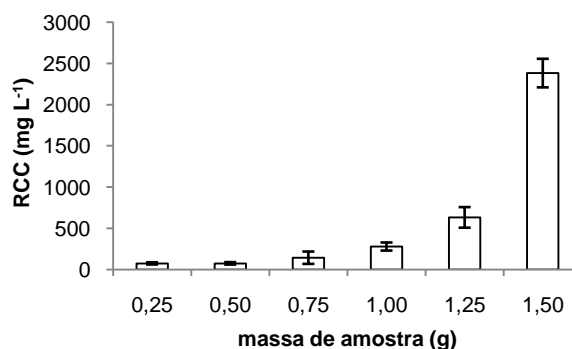


Figura 1. Valores de RCC para diferentes massas de amostra

Tabela 1. Concentração de elementos traço em sementes (mg kg⁻¹, média ± desvio padrão).

Elemento	Castanha do Pará	Castanha de Caju	Noz
Al	< 0,05	< 0,05	< 0,05
As	< 0,80	< 0,80	< 0,80
Cd	< 0,03	< 0,03	< 0,03
Ni	4,2 ± 0,1	1,3 ± 0,1	1,8 ± 0,1
Pb	< 0,18	< 0,18	< 0,18
V	0,30 ± 0,02	0,27 ± 0,02	0,40 ± 0,03

Conclusões

O método proposto utilizando o sistema SRC permitiu a decomposição de massas de até 1,5 g de sementes oleaginosas. Foram obtidos digeridos com valores de RCC que não promoveram interferências nas determinações por ICP-OES.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERGS.

¹Grindlay et al., *Spectrochim. Acta B.* 2008, 63, 234.