

Estudo comparativo da eficiência de digestão de sistemas convencionais e assistidos por microondas

Wagna Piler Carvalho dos Santos^{1,2*} (PQ), Jacira Teixeira Castro³ (PQ) e Maria das Graças Andrade Korn² (PQ). wagna@cefetba.br.

1. Centro Federal de Educação Tecnológica da Bahia, Barbalho, Salvador – BA.

2. NQA-PRONEX-GPQA, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, Salvador – BA

3. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Jequiezinho, Jequié-BA.

Palavras Chave: Carbono residual, acidez residual, microondas, leguminosas.

Introdução

Um dos parâmetros empregados para avaliar a eficiência da digestão de amostras orgânicas é o teor de carbono residual^{1,2}. A concentração ácida residual também é um fator importante, uma vez que a utilização de ácidos concentrados pode reduzir o tempo de vida útil de componentes de equipamentos como o ICP OES¹. Neste trabalho foi investigada a eficiência de diferentes procedimentos (convencional e microondas) para digestão de leguminosas usando como parâmetro a acidez residual e o teor de carbono residual.

Resultados e Discussão

A eficiência de digestão foi avaliada em termos de teor de carbono residual, RCC (% m/m) e acidez residual titulável, AR (mol L⁻¹) na solução final. Os procedimentos empregados na digestão das amostras de leguminosas (feijão) estão sumarizados na Tabela 1: digestão em chapa de aquecimento (DC); digestão em bloco (DB); digestão em forno de microondas com radiação focalizada (MF); e digestão em forno de microondas com cavidade (MC). O teor de carbono total, utilizado no cálculo do carbono residual¹, foi obtido empregando analisador elementar ThermoQuest® Finnigan Flash EA™ 1112, sendo 40,4 ± 1,1% (m/m) o percentual de carbono médio nas amostras investigadas. O teor de carbono nos digeridos foi obtido através do ICP OES simultâneo com visão axial (Varian). Os teores de RCC apresentaram maiores variações relacionadas às condições operacionais, como tipo de ácido, temperatura e pressão. A eficiência em DB é consideravelmente superior à DC em termos de RCC. As faixas AR, obtidas nos experimentos em chapa, foram comparáveis às obtidas na digestão em bloco (Tabela 1). O que sugere que este parâmetro está fortemente condicionado à quantidade de ácido adicionada nas condições operacionais investigadas. No procedimento de digestão em forno de microondas focalizadas foram observados baixos teores de RCC, quando comparados aos sistemas baseados em aquecimento condutivo, o que demonstra uma eficiente digestão. Esses valores são equiparados

aos obtidos com o procedimento de incineração a 450 °C por 8 h, e se devem, principalmente, à atuação do ácido sulfúrico concentrado, bem como às sucessivas alíquotas do agente oxidante auxiliar (H₂O₂) no final do programa de aquecimento. O valor médio obtido de 0,36 mol L⁻¹ se aproxima da estimativa da acidez calculada (0,37 mol L⁻¹), considerando somente a contribuição do ácido sulfúrico. O ácido nítrico tende a ser volatilizado devido às temperaturas utilizadas no procedimento assistido por microondas focalizadas (170 a 200 °C). A digestão em forno de microondas com cavidade para 500,0 mg de amostra foi promovida com 7,0 mL de HNO₃ 4,0 mol L⁻¹ e 1,0 mL de H₂O₂ 30% (v/v). Os valores de RCC foram menores que os observados com sistemas baseados no aquecimento condutivo, o que pode ser atribuído às condições reacionais (altas temperaturas e pressões).

Tabela 1. Comparação das características e condições experimentais dos procedimentos propostos para determinação.

Parâmetros	Procedimentos de digestão			
	DC	DB	MF	MC
MA (mg)	500	500	500	500
TP (µm)	< 500	<300	< 500	<300
VR (mL)	2 N(C)	3,5 N(C)	6:10:0,5 N:P:S (C)	7:1 N:P (C)
T (°C)	100	150	200	190
Tempo (min)	60	60	25	39
Vf (mL)	25	25	25	20
AR, mol L ⁻¹	< 1,5	< 1,5	< 0,4	< 1,5
RCC, %	< 76	< 35	0,1	< 15
RSD, %	1-11	2-18	2-9	1-18

MA=massa de amostra, TP=tamanho de partícula, VR=volume de reagentes, T=temperatura, Vf=volume final, N=HNO₃; P=H₂O₂; S=H₂SO₄; HC=HCl; C=concentrado; D=diluído

Conclusões

Os sistemas estudados para digestão de amostras leguminosas são comparáveis em termos de AR e RSD. Entretanto, os procedimentos de digestão MF e MC mostraram-se mais eficientes.

Agradecimentos

FAPESB, CNPq, CAPES

¹ Gouveia, S.T. et al. *Anal. Chim. Acta* **2001**, 445 (2), 269.

² Krushevska, A. et al. *J. of Anal. Atom. Spectrom.* **1992**, 7, 845.