Avaliação da eficiência da digestão empregando radiação microondas associado ao planejamento 2^4 na determinação do CR em ICP OES

Euliane C. C. de Jesus[1] (PG)*, Antônio C. S. Costa[1] (PQ), Maria das G. A. Korn[1] (PQ), Ricardo E. Santelli [2] (PQ), Regina C. Oliveira[2] (PG), Eliane P. Oliveira[2] (PG), Fabiana A. Soares[3] (PG).

[1] Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, 40170-115, Salvador – BA.

[2] Departamento de Geoquímica, Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense,Campus Valonguinho, 24020-150, Niterói/RJ.

[3] Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense,Campus Valonguinho, 24020-150, Niterói/RJ.

Palavras Chave: *Carbono Residual, Eficiência de digestão, Planejamento Fatorial, ICP OES, Forno de microondas.*

Introdução

O tratamento da amostra é a primeira etapa de uma análise química e consiste em submetê-la a um tratamento adequado, que pode envolver a conversão do analito em espécie apropriada ao procedimento de determinação escolhido. Geralmente é necessária a digestão da amostra e o procedimento deve ser avaliado de forma a levar em consideração as variáveis capazes de influenciar o sistema. A aplicação da quimiometria facilita a interpretação de forma mais rápida e eficiente[1], empregando desenhos matemáticos que descrevam o sistema estudado. Neste trabalho foram associados o planejamento fatorial e o emprego da radiação microondas para a avaliação do procedimento de digestão de amostras orgânicas empregando a espectrometria da emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) para determinação do carbono residual (CR).

Resultados e Discussão

Realizou-se a digestão da sacarose (Riedel-de Haën) em forno de microondas de cavidade, Modelo Provecto Analítica DGT Plus, aplicando planejamento fatorial para avaliação das variáveis potencia, massa de amostra, volume de ácido nítrico conc. e volume de peróxido de hidrogênio conc. O programa aplicado tem 5 etapas com duração de 44 min, com 30 min de ventilação. As variáveis e seus níveis estudados estão mostrados na tabela 1.

Tabela 1. Planejamento Fatorial 2^4, níveis superior e inferior das variáveis consideradas.

Variáveis	E(W)	M(g)	HNO_3(mL)	H_2O_2(mL)
+	750	0,1000	4,00	5,00
–	600	0,0500	2,00	3,00
0	675	0,0750	3,00	3,50

*+,-, 0: Nível superior, inferior e ponto central, respectivamente.

Os digeridos finais foram avolumados para 25 mL e aplicados os seguintes procedimentos: evaporação[2] e por banho de ultrassom por 30 minutos para a posterior determinação por ICP OES Modelo Jobin Yvon com vista radial. A calibração foi feita com padrões aquosos preparados a partir da úreia[3], nas concentrações de 10,0 a 60,0 mg L^{-1}. Foram selecionadas as linhas de emissão C (I) 193,026 e C (I) 247,856 nm. Aplicou-se análise de variância (ANOVA) e como observado no gráfico de Pareto (Figura 1) apenas a variável massa da amostra foi significativa ao sistema estudado, com efeito negativo. Assim, pode-se afirmar que menor massa de amostra resulta em digestão mais efetiva, evidenciada pelo menor teor de carbono residual.

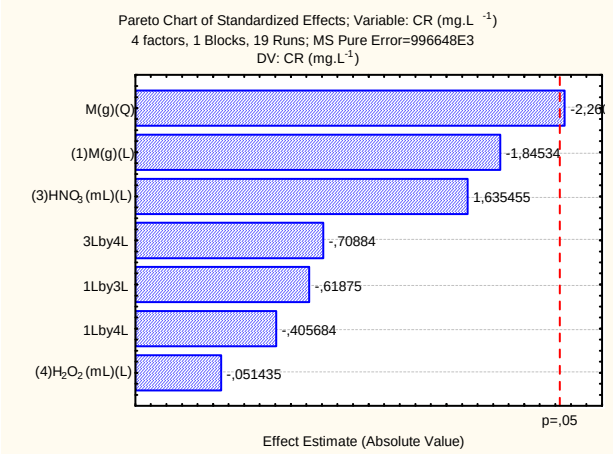

Figura 1. Gráfico de Pareto.

Conclusões

A utilização do planejamento fatorial indicou uma tendência para obtenção de resultados com decomposição mais efetiva de amostra de sacarose, com conseqüente redução do carbono residual.

Agradecimentos

A FAPESB, FAPERJ, CAPES e CNPq.

[1] Costa, L. M. et al., Spectrochimica Acta Part B, v. 56, 1981, **2001**.
[2] Krushevska, A. et al; J. Anal. At. Spectrom, 845, **1992**, Vol. 7.
[3] Gouveia et al; Anal. Chim. Acta, 445, 269, **2001**