

Combustão iniciada por micro-ondas com radiação focalizada: um novo método para decomposição de amostras

Márcia F. Mesko (PQ)¹, Juliana S. F. Pereira (PG)², Diogo P. Moraes (PG)², Camila L. Knorr (PG)², Juliano S. Barin (PQ)³, Paola de A. Mello (PG)², José Neri G. Paniz (PQ)², Joaquim A. Nóbrega (PQ)⁴, Maria G. A. Korn (PQ)⁵, Érico M. M. Flores (PQ)^{2*} (flores@quimica.ufsm.br)

¹. Instituto de Química e Geociências, Universidade Federal de Pelotas, 96010-610, Pelotas, RS.

². Departamento de Química, ³ Departamento de Tecnologia e Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria, RS Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria, RS.

⁴. Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, 13565-905, São Carlos, SP.

⁵. Departamento de Química Analítica, Universidade Federal da Bahia, 40170-920, Salvador, BA.

Palavras Chave: Combustão iniciada por micro-ondas, radiação focalizada, amostras botânicas

Introdução

Dentre as etapas envolvidas na sequência analítica, o preparo da amostra tem se mostrado crítico tendo em vista a susceptibilidade aos erros, principalmente, por contaminação e/ou pela perda de espécies voláteis, além do elevado tempo e dificuldade de se obter uma decomposição completa para algumas amostras. Sob este aspecto, a decomposição ácida assistida por radiação micro-ondas em sistemas fechados agrega boa eficiência e menor tempo, geralmente, utilizando ácidos oxidantes, em sistemas operando sob pressão, em temperaturas elevadas. Por outro lado, o uso de fornos de micro-ondas com radiação focalizada possibilita a decomposição em sistemas operando a pressão atmosférica e permite a decomposição de massas de amostra mais elevadas, contribuindo para a determinação de analitos em baixas concentrações. Entretanto, geralmente é necessário o uso de elevadas quantidades de ácidos concentrados, ou suas misturas, resultando em digeridos finais com elevada acidez que podem causar interferências na etapa de determinação. A combustão iniciada por micro-ondas (MIC)¹, tem sido aplicada com sucesso para a decomposição de diversas amostras com vantagens sobre os sistemas clássicos de decomposição por combustão e de decomposição assistida por radiação micro-ondas em sistemas pressurizados. No presente trabalho a potencialidade da técnica de combustão iniciada por micro-ondas em forno com radiação focalizada (FMIC) é demonstrada para decomposição de amostras botânicas e subsequente determinação de metais por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).²

Resultados e Discussão

Amostras de boldo (*peumus boldus* sp.) e de materiais de referência certificado (CRM) de folhas de macieira (NIST 1515) e de folhas de pessegueiro (NIST 1547) foram secas em estufa a 60 °C e

33^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

preparadas em comprimidos de até 1,5 g. As amostras foram colocadas sobre um disco de papel de filtro, posicionado na base de um suporte de quartzo. Após a adição de 50 µl de NH₄NO₃ (6 mol l⁻¹) ao papel, o suporte com a amostra foi posicionado no interior do frasco de quartzo modificado do forno de micro-ondas focalizadas (Star System 2, CEM, EUA). Oxigênio (2 l min⁻¹) foi introduzido no frasco constantemente no início da combustão e, após a ignição (cerca de 10 s), a vazão foi aumentada para 15 l min⁻¹. Após a combustão completa, foram adicionados 10 ml de HNO₃ diluído (4 mol l⁻¹) ao frasco e foi aplicada uma etapa de refluxo a 125 °C por 5 min. A determinação de metais foi feita por ICP OES (Spectro Ciros CCD, Alemanha).

A concordância com os valores certificados foi superior a 95% para Al, Ba, Ca, Fe, Mg, Mn, Sr e Zn. Os resultados obtidos por FMIC para amostra de boldo não apresentaram diferença significativa (teste *t*, 95%) em comparação com os resultados obtidos por decomposição por via úmida em sistema aberto com micro-ondas focalizadas e por via úmida assistida por micro-ondas em sistema fechado sob alta pressão. O teor de carbono residual para FMIC foi sempre inferior a 0,5%.

Conclusões

A utilização da FMIC possibilitou a decomposição de até 1,5 g de amostra contribuindo para melhores limites de detecção. O procedimento proposto é simples e rápido, agrega elevada eficiência de decomposição e permite o uso de ácidos diluídos assegurando completa recuperação dos analitos. Ainda, a FMIC representa um importante avanço na área de preparo de amostras, podendo ser facilmente adaptada a fornos de micro-ondas com radiação focalizada disponíveis nos laboratórios.

Agradecimentos

INCT-Bio/Cnpq, Capes e Fapergs.

¹ Flores et al., *Anal. Chem.* **2008**, 80, 1865.

² Mesko et al., *Anal. Chem.* **2010**, doi: 10.1021/ac902976j.