

Combustão iniciada por micro-ondas para posterior determinação de elementos traços em grãos de soja por ICP-MS e ICP OES

José Tiago P. Barbosa^{1*} (PG), Lilia dos S. Bispo¹ (IC), Fernanda H. Lyra² (PG), Clarissa M. M. dos Santos² (PG), Érico M. M. Flores² (PQ), Maria das Graças A. Korn¹ (PQ) *jtiagopb@gmail.com

¹NQA-PRONEX-GPQA, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UFBA, Campus de Ondina, 40170-280, Salvador-BA.

²Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria, RS.

Palavras Chave: combustão iniciada por micro-ondas, elementos traços, soja.

Introdução

O Brasil é o segundo produtor mundial de soja e devido ao aumento da produção de alimentos à base de soja é de grande importância a avaliação de contaminantes inorgânicos neste tipo de amostra. Esta espécie de leguminosa possui mecanismos de transferência de contaminantes do solo para níveis mais altos da cadeia trófica¹, justificando a importância do monitoramento dos níveis de concentração de elementos traços como Cr, Ni, Pb, Se, Zn dentre outros. Além disso, a presença destes elementos pode diminuir a funcionalidade nutricional da soja ou causar riscos de toxicidade à saúde humana. O método de combustão iniciada por micro-ondas (MIC) é uma alternativa para a decomposição de amostras de natureza orgânica, considerando a minimização dos riscos de contaminação e perdas por volatilização. Como soluções de ácidos diluídos são, geralmente, empregadas, a solução final dos digeridos é adequada para a determinação por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) e espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS)². No presente trabalho, um método para decomposição de amostras de grãos de soja por MIC foi utilizado para a posterior determinação de elementos traços por ICP OES e ICP-MS. Como método comparativo, a amostra foi digerida por decomposição por via úmida assistida por micro-ondas.

Resultados e Discussão

As amostras foram moídas em moinho de bolas e homogeneizadas em malha de 500 µm. Foram feitos comprimidos de 400 mg utilizando uma prensa hidráulica (1 ton por 1 min) e cada comprimido foi disposto sobre um disco de papel de filtro, posicionado na base de um suporte de quartzo. Após a adição de 50 µl de uma solução de NH₄NO₃ 6 mol L⁻¹, o suporte com a amostra foi posicionado no interior de um frasco de quartzo contendo 6 mL de HNO₃ (4 mol L⁻¹). Os frascos foram fechados e pressurizados com 20 atm de oxigênio. A combustão das amostras foi feita em forno de micro-

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

ondas com 5 min de irradiação em potência de 1400 W. As condições do procedimento de decomposição por via úmida assistida por micro-ondas foram: i) 10 min até 1400 W, ii) 15 min a 1400 W, iii) 20 min a 0 W (arrefecimento). A determinação dos analitos foi feita por ICP OES e ICP-MS. A concordância com os valores certificados para Ba, Cr, Cu, Mn, Sr e Zn foram superiores a 95% para o material de referência certificado NIST 8433 (*Corn bran*). Os resultados obtidos para os analitos nas amostras decompostas por MIC foram concordantes (superior a 96%) com a decomposição por via úmida e determinação por ICP OES e ICP-MS. Foram feitos ensaios de recuperação dos analitos e foram obtidas recuperações entre 95 e 102%. Os valores médios de concentração para Cr, Ni, Pb, Se e Zn nas amostras foram 3,1; 3,5; 1,3; <0,5 e 39,0 µg g⁻¹, respectivamente. Os limites de detecção para estes analitos foram 0,3; 0,2; 0,5; 0,5 e 0,2 µg g⁻¹, respectivamente para o ICP OES e 0,05; 0,02; 0,02; 0,002 e 0,10 µg g⁻¹ respectivamente para o ICP-MS.

Conclusões

O método de MIC apresentou resultados adequados para a decomposição de grãos de soja e boa concordância para o CRM empregado. Além disso, foi possível decompor até 8 amostras, simultaneamente, em apenas 25 minutos, utilizando HNO₃ 4 mol L⁻¹ como solução absorvedora, o que é importante para minimização do consumo de reagentes, geração de efluentes e de acordo com os princípios da química verde. Cabe ressaltar a importância do monitoramento de contaminantes inorgânicos em grãos de soja, uma vez que, na legislação brasileira não há especificações de limites máximos permitidos de metais nesta amostra.

Agradecimentos

UFSM, UFBA, CNPq, CAPES, PRONEX

¹Silva, M. L. S.; Vitti, G. S.; Trevizan, A.R.; *Pesq. Agropec. Bras.*, 42 (2007) 527.

²Mesko, M. F. *et al.*, *Anal. Chem.* 82 (2010) 2155.