

Avaliação do uso de O₂ como reagente auxiliar na decomposição de material botânico por via úmida assistida por radiação micro-ondas.

Cezar A. Bizzi (PG)¹, Juliano S. Barin (PQ)¹, Valderi L. Dressler (PQ)¹, Ítalo E. Marques (IC)¹, Lucas Schmidt (PG)¹, Joaquim A. Nóbrega (PQ)², Érico M.M. Flores (PQ)^{1*}(ericommf@gmail.com)

¹ Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil.

² Universidade Federal de São Carlos, 13560-970, São Carlos, SP, Brasil.

Palavras Chave: *Ácido diluído, Carbono residual, ICP OES.*

Introdução

A decomposição por via úmida assistida por radiação micro-ondas em sistema fechado tem sido considerada o estado da arte no preparo de amostras. Dentre os reagentes mais utilizados para decomposição destaca-se o HNO₃, normalmente utilizado concentrado (14 mol L⁻¹). No entanto, o uso de HNO₃ diluído minimiza interferências devido à diminuição da acidez dos digeridos finais e proporciona brancos com menores valores, reduzindo os limites de detecção. Além disso, permite reduzir o volume de reagentes, gerando menor quantidade de resíduos. Recentemente, foi observado que o aumento da pressão de O₂ influencia a digestão com HNO₃ diluído, uma vez que há formação de NO gasoso que reage com o O₂ da fase gasosa, gerando NO₂¹. Ao ser reabsorvido na solução, o NO₂ sofre desproporcionamento, formando NO₃⁻ e NO. Este ciclo pode ser repetido enquanto houver O₂ na fase gasosa do sistema, regenerando o ácido². Desta forma, no presente trabalho, um procedimento de decomposição por via úmida assistida por radiação micro-ondas pressurizado com O₂ foi utilizado para melhorar a decomposição de tecido botânico com ácido diluído com posterior determinação de Al, Ca, Fe, K, Mg e Na por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

Resultados e Discussão

Para a otimização do procedimento proposto, foi utilizada uma amostra de folhas de orégano (500 mg), a qual foi previamente seca e cominuída. Diferentes concentrações ácidas foram estudadas (1 a 14 mol L⁻¹, 6 ml). Para a decomposição foi utilizado forno de micro-ondas (Multiwave 3000 - Anton Paar), equipado com 8 frascos de quartzo (80 ml, 80 bar e 280 °C). Pressões de 1 a 20 bar de O₂ foram avaliadas, assim como a eficiência de decomposição sob atmosfera inerte (Ar, 20 bar). O programa de aquecimento foi: i) 5 min até 1000 W, ii) 10 min a 1000 W, iii) 20 min a 0 W (arrefecimento). Para avaliação a eficiência do procedimento proposto, foi feita a determinação do

teor de carbono residual (RCC) por ICP OES. Os resultados obtidos foram comparados com os valores encontrados para RCC pelo mesmo procedimento de decomposição, sem pressurização com O₂ (Figura 1).

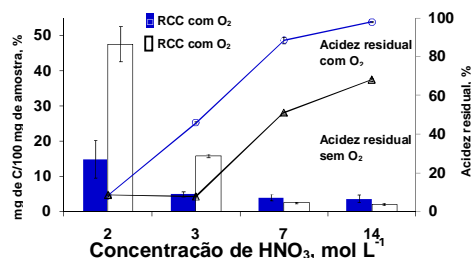


Figura 1. Efeito do O₂ (20 bar) sobre a eficiência de digestão em diferentes concentrações de HNO₃.

Os resultados obtidos sugerem que a decomposição da material biológico é eficiente mesmo com ácidos diluídos (HNO₃ 3 mol L⁻¹) em sistema pressurizado com O₂ (5 bar). A determinação de Al, Ca, Fe, K, Mg e Na por ICP OES em diferentes materiais de referência certificados - CRMs (apple leaves, peach leaves, pine needle e olive leaves), apresentou concordância superior a 95% (teste t, P<0,05), demonstrando a exatidão do procedimento proposto.

Conclusões

A utilização de oxigênio como reagente auxiliar na decomposição de amostras botânicas permitiu o uso de ácidos diluídos tão diluídos quanto HNO₃ 3 mol L⁻¹, mantendo a eficiência de digestão (valores de RCC semelhantes ao uso de ácidos concentrados). Resultados concordantes com CRMs foram obtidos para os elementos estudados.

Agradecimentos

UFMS - UFSCar - CNPq - CAPES.

¹ Mester, Z.; Sturgeon, R.; Sample preparation for trace elements analysis, Elsevier, Amsterdam, 2003..

² Bizzi, C.A.; Flores, E.M.M.; Picoloto, R.S.; Barin, J.S.; Nóbrega, J.A.; Anal. Methods 2(2010) 734-738.