

Emprego de Ácidos Diluídos no Preparo de Amostras Biológicas

Mário Henrique Gonzalez^{1,2}(PG), Elma N. V. M. Carrilho⁴(PQ),
Joaquim A. Nóbrega^{1,3}(PQ), Ana Rita. A. Nogueira¹(PQ)

¹ Grupo de Análise Instrumental Aplicada. Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos SP

² Instituto de Química, Universidade de São Paulo, IQSC-USP, São Carlos SP

³ Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos SP

⁴ Departamento de Zootecnia, FCAV UNESP, Jaboticabal SP

Em geral, a etapa de preparo da amostra em procedimentos analíticos faz uso de rotinas complicadas, tornando o procedimento analítico muitas vezes moroso e passível de contaminação. Além da decomposição da matéria orgânica para disponibilização dos analitos de interesse, a metodologia de preparo da amostra deve ser adequada às limitações da técnica de detecção analítica. Experimentos que envolvem a quantificação de elementos inorgânicos necessitam de uma etapa de preparo da amostra, sendo essa a mais lenta nesse tipo de análise. Dentre os procedimentos modernos e que se apresenta como alternativa aos inconvenientes de técnicas tradicionais de preparo de amostras, está o emprego de fornos com radiação microondas utilizados associado à digestão ácida. Para a definição de um protocolo de utilização, vários parâmetros são relevantes, como a massa da amostra, o volume dos reagentes, a temperatura, a pressão, o tipo do ácido e a concentração da mistura oxidante. O ácido nítrico, prioritariamente adotado na digestão de compostos orgânicos em amostras biológicas devido à sua simples manipulação e fácil purificação, tem seu poder oxidante potencializado quando associado a altas pressões. Neste enfoque, soluções de ácido nítrico diluído com adição de peróxido de hidrogênio como agente oxidante foram propostas para digestão de amostras assistidas por radiação microondas. Essa estratégia permite a obtenção de baixos valores de branco, baixos desvios padrão e o aumento da capacidade de análise, pois não há necessidade de grandes diluições para que a solução do digerido se adeque às requisições da técnica de determinação. Foram estudadas a recuperação de analitos e a determinação dos teores de carbono remanescentes, sendo as soluções resultantes caracterizadas após a decomposição com soluções de ácido nítrico concentrado e diluído (respectivamente 14,0 e 7,0 mol L⁻¹ HNO₃) em tecido animal (fígado e músculo bovino – NIST 1577b e NIST 8414). A eficiência do processo de digestão foi determinada quantificando-se os teores de carbono original e residual respectivamente nas amostras e nas soluções digeridas. O teor de carbono total foi determinado por um analisador elementar e o teor de carbono residual por espectrometria óptica de emissão com plasma acoplado (ICP OES). As recuperações de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na, P e Zn foram próximas aos valores certificados para ambas as soluções digestoras. Os teores de carbono remanescentes foram próximos, 21,4% e 23,8% de C respectivamente para soluções de ácidos diluídos e concentrados. Os resíduos das soluções digestoras foram analisados por ¹H NMR e a separação e caracterização dos compostos se encontram em fase de execução. O emprego de ácidos diluídos provou ser alternativa viável a ser aplicada a amostras com diferentes características, além da vantagem da minimização de resíduos e redução nos custos das análises.

FAPESP, CNPq