

Emprego de ácido orgânico diluído no preparo de amostras

Aline F. Oliveira (PG)^{1,3*}, Caroline S. Silva (PG)^{1,3}, Silmara R. Bianchi (TC)², Ana Rita A. Nogueira (PQ)³
*alinefo@gmail.com

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil; ²Embrapa Solos, Rio de Janeiro, RJ; ³Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

Palavras Chave: *preparo de amostra, ácido fórmico, ácido diluído, bloco digestor, ICP OES*

Introdução

A maioria dos métodos de preparo de amostra por via úmida utiliza ácidos inorgânicos com alto poder oxidante, sendo que digestões eficientes são obtidas quando essas misturas são submetidas a alta temperatura e pressão em fornos de micro-ondas com cavidade. Na literatura podemos encontrar trabalhos que comprovam a eficiência do emprego de ácidos diluídos¹, porém o uso de ácidos orgânicos diluídos nos procedimentos de preparo de amostra não é usual. Alguns trabalhos reportam o uso de ácido fórmico concentrado para o preparo de amostras biológicas^{2,3}. Com o objetivo de avaliar a eficiência da solubilização com ácidos orgânicos diluídos no preparo de amostras em matrizes consideradas complexas, foram determinados os elementos: Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn em três materiais de referência certificados (CRM): *bovine liver* (NIST 1577b), *apple leaves* (NIST 1515) e *whole milk powder* (NIST 8435). A determinação dos teores dos elementos foi realizada por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) que possibilita a leitura simultânea nas configurações axial e radial (iCAP 6500 DUO, Thermo Scientific).

Resultados e Discussão

As amostras foram pesadas e transferidas para frascos de 60 mL de PFA (Savillex) com tampa rosqueável, sendo a seguir adicionados 10 mL de ácido fórmico 50% (v v⁻¹). Os frascos foram aquecidos em bloco digestor a 90 °C por 1h. Foram adicionados 2 mL de H₂O₂ (30% m m⁻¹) e a seguir os frascos foram novamente aquecidos no bloco digestor (1 h a 90 °C). Após resfriamento, a suspensão foi transferida para frascos de polietileno e o volume completado para 14 mL. Em seguida as amostras foram centrifugadas a 3500 rpm por 5 minutos.

Na Tabela 1 são apresentados os principais resultados obtidos preferencialmente na linha mais sensível para cada elemento, ou na mesma condição para os três CRMs.

Tabela 1. Resultados da recuperação (%) dos analitos (n= 3).

Analito	<i>Bovine liver</i>		<i>Apple leaves</i>		<i>Whole milk powder</i>	
	λ (nm)*	%	λ (nm)*	%	λ (nm)*	%
Ca	393,3 (r)	95,4	393,3 (r)	85,7	393,3 (r)	107,2
Cu	219,9 (a)	91,1	219,9 (r)	104,0	324,7 (a)	104,8
Fe	239,5 (a)	93,2	239,5 (a)	81,1	239,5 (a)	86,9
K	769,8 (a)	90,4	769,8 (a)	105,4	769,8(a)	99,9
Mg	279,5 (r)	95,6	279,5 (r)	88,6	279,5 (r)	109,1
Mn	257,6 (a)	95,3	257,6 (a)	93,7	-	-
Na	589,5 (a)	108,0	589,5 (r)	113,2	589,5 (r)	107,7
P	178,2 (a)	109,8	214,9 (a)	114,0	-	-
Zn	202,5 (r)	99,5	213,8 (r)	94,4	202,5 (r)	105,3

*(a)=axial e (r)=radial

Os resultados encontrados usando ácido fórmico diluído em bloco digestor com frascos de PFA não apresentaram diferenças significativas em relação ao valor certificado dos CRMs (teste t, IC=95%) para os elementos avaliados, exceto Mn e P em leite.

Conclusões

A metodologia proposta mostrou-se simples e exata, demonstrando a viabilidade de utilização de ácido orgânico diluído, reduzindo o custo da análise e a periculosidade, devido ao emprego do bloco digestor operando à pressão atmosférica e baixa temperatura. Além disso, o ácido fórmico apresenta-se como alternativa em relação aos ácidos controlados. A dificuldade da determinação de Mn e P no material certificado para leite pode estar relacionada à alta complexidade da matriz, que apresenta altos teores de gorduras e de proteínas.

Agradecimentos

CAPES/Embrapa, INCTAA e Thermo Scientific.

¹ Araújo, G. C. L.; Gonzalez, M. H.; Ferreira, A. G.; Nogueira, A. R. *Spectrochim Acta B.* **2002**, *57*, 2121.

² Tormen, L.; Gil, R. A.; Frescura, V. L. A.; Martinez, L. D.; Curtis, A. *J. Spectrochim Acta Part B.* **2010**, *65*, 959.

³ Scriver, C.; Kan, M.; Willie, S.; Soo, C.; Birboim, H. *Anal Bioanal Chem.* **2005**, *381*, 1460.