

## AVALIAÇÃO DO TEMPO E TEMPERATURA DE AQUECIMENTO DURANTE A DIGESTÃO ÁCIDA DE AMOSTRAS DE CARNE COM SISTEMA DE REFLUXO

**ELIETE WESTPHAL ALVES<sup>1</sup>; SÉRGIO ELOIR WOTTER<sup>1</sup>; MARIANA ANTUNES VIEIRA<sup>1</sup>; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, Laboratório de Metrologia Química, Programa de Pós-Graduação em Química, eliete.westphal@hotmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, Laboratório de Metrologia Química, Programa de Pós-Graduação em Química, andersonsch@hotmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

A determinação de metais em amostras biológicas por técnicas de espectrometria atômica exige que as amostras sejam isentas de matéria orgânica residual, com a finalidade de evitar interferências na etapa de atomização do analito (Korn, 2008).

Entre as etapas mais importantes na determinação de metais em amostras biológicas, está a abertura das amostras, que requer tempo e cuidados especiais com o objetivo de se evitar contaminações e/ou perdas de analito durante o processo de digestão. Entre as técnicas de eliminação de matriz orgânica, a digestão ácida assistida por micro-ondas é uma das mais utilizadas. Entretanto, quando o laboratório não dispõe deste equipamento, outras técnicas são possíveis de se utilizar, como por exemplo, a digestão ácida em copo aberto com o auxílio de um bloco digestor. Porém, quando o bloco digestor é utilizado para a abertura das amostras, aumenta a possibilidade de perdas dos reagentes, analitos e/ou componentes voláteis da amostra, fazendo-se muitas vezes necessária a reposição destes reagentes, o que pode provocar contaminações quando são adicionados volumes extras de ácidos, por exemplo. Uma alternativa de eliminação de matrizes orgânicas em amostras biológicas é o sistema de digestão ácida aberta com bloco digestor utilizando o sistema de refluxo com o uso do auxílio de um sistema de dedo frio. Desta forma, é possível manter o meio reacional na temperatura de ebulição do ácido por um tempo maior, independente da temperatura de aquecimento aplicada, sem a necessidade de reposição de reagentes durante a digestão (Oreste, 2012), o que minimiza a possibilidade de contaminação e perdas de componentes voláteis (Demirel, 2008).

Neste trabalho, foram avaliados dois parâmetros importantes no processo de digestão: o efeito da temperatura de aquecimento do bloco digestor e do tempo de digestão de amostras de carne processada. O bloco digestor com sistema de dedo frio foi usado, pois neste sistema, o ácido utilizado na abertura da amostra, atinge seu ponto de ebulição, e posteriormente seus vapores atingem a superfície fria do dedo frio, condensando e retornando ao meio reacional. Esse processo evita novas adições de reagentes durante o tempo de digestão (Oreste, 2012).

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

Nesse estudo foi avaliado o efeito da temperatura de aquecimento do bloco digestor e do tempo de digestão para eliminação da matéria orgânica em amostras de carnes processadas (*hamburger*). Três diferentes temperaturas do bloco digestor foram estudadas, utilizando o HNO<sub>3</sub> 65% v/v bidestilado: 120 °C (temperatura de ebulição do HNO<sub>3</sub>), 150 °C e 200 °C. Além da temperatura, foi estudado também o tempo de digestão, em um intervalo de 30 min a 2 h, depois de atingida a temperatura de interesse.

Para os estudos, as amostras foram preparadas em frascos de digestão, onde cerca de 1,0 g de amostra foi pesada diretamente em cada um dos frascos. Posteriormente, foram adicionados 10,0 mL de HNO<sub>3</sub> e levado ao bloco digestor, depois de atingida a temperatura de estudo. Para a temperatura de 120 °C, após 30 min de digestão foi retirado o primeiro frasco, após 45 min o segundo e assim sucessivamente, foram retirados os demais a cada 15 min de intervalo, onde o último frasco foi retirado quando alcançadas 2 h de digestão. Esse procedimento foi repetido para as demais temperaturas avaliadas.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O uso de um sistema alternativo, semi-aberto, com dedo frio adaptado ao sistema convencional, o qual trabalha sob ação de um refluxo, possibilitou que temperaturas superiores ao ponto de ebulição do HNO<sub>3</sub> (120 °C), fossem empregadas no bloco digestor, sem levar a secura no frasco reacional. Embora a solução reacional não ultrapasse a temperatura de ebulição do ácido, o uso de temperatura de aquecimento superior a esta, propicia um aumento na turbulência, cinética reacional, na transferência de calor e conseqüentemente, na velocidade da reação.

Para avaliar a eficiência dos parâmetros estudados no processo de digestão, foi determinado o teor residual de carbono nas soluções das amostras digeridas em diferentes temperaturas de aquecimento e tempos. Os resultados de carbono total são apresentados na Tabela 1, onde se observa que as mesmas não variaram significativamente entre si. Os valores percentuais de carbono total obtidos foram de 8,64 % m/m para a temperatura de 120 °C com um tempo de digestão de 2 h; 10,22 % m/m na temperatura de 150 °C com tempo de 1 h e 9,27 % m/m com a temperatura de 200 °C e tempo de 1 h e 45 min.

**Tabela 1** - Valores de carbono total, em mg L<sup>-1</sup>, obtidos após a digestão de amostras de carne em diferentes temperaturas de aquecimento e tempos de digestão.

|                      | <b>P1 (30')</b> | <b>P2 (45')</b> | <b>P3 (60')</b> | <b>P4 (75')</b> | <b>P5 (90')</b> | <b>P6(105')</b> | <b>P7 (120)</b> |
|----------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| <b>120 °C</b>        | 6,200           | 6,249           | 7,217           | 7,965           | 6,561           | 6,882           | 6,119           |
|                      | 6,901           | 6,445           | 7,021           | 7,467           | 7,118           | 7,010           | 6,195           |
|                      | 6,668           | 6,308           | 7,304           | 6,669           | 6,062           | 6,624           | 6,435           |
| <b>Média</b>         | <b>6,590</b>    | <b>6,334</b>    | <b>7,181</b>    | <b>7,367</b>    | <b>6,580</b>    | <b>6,839</b>    | <b>6,250</b>    |
| <b>Desvio-padrão</b> | <b>0,291</b>    | <b>0,082</b>    | <b>0,118</b>    | <b>0,534</b>    | <b>0,431</b>    | <b>0,161</b>    | <b>0,135</b>    |
| <b>150 °C</b>        | 6,83            | 6,972           | 6,474           | 7,026           | 7,966           | 6,841           | 6,632           |
|                      | 7,094           | 7,803           | 6,928           | 6,638           | 7,984           | 7,035           | 6,169           |
|                      | 8,091           | 6,783           | 7,233           | 7,268           | 7,715           | 7,035           | 9,679           |
| <b>Média</b>         | <b>7,338</b>    | <b>7,186</b>    | <b>6,878</b>    | <b>6,977</b>    | <b>7,888</b>    | <b>6,970</b>    | <b>7,493</b>    |
| <b>Desvio-padrão</b> | <b>0,543</b>    | <b>0,443</b>    | <b>0,312</b>    | <b>0,259</b>    | <b>0,123</b>    | <b>0,091</b>    | <b>1,557</b>    |
| <b>200 °C</b>        | 8,736           | 8,778           | 8,161           | 8,976           | 7,672           | 6,508           | 7,031           |
|                      | 8,419           | 7,317           | 8,953           | 7,570           | 7,374           | 6,213           | 7,936           |
|                      | 8,83            | 7,821           | 8,05            | 8,206           | 7,672           | 6,278           | 7,923           |
| <b>Média</b>         | <b>8,662</b>    | <b>7,972</b>    | <b>8,388</b>    | <b>8,251</b>    | <b>7,573</b>    | <b>6,333</b>    | <b>7,630</b>    |
| <b>Desvio-padrão</b> | <b>0,176</b>    | <b>0,606</b>    | <b>0,402</b>    | <b>0,575</b>    | <b>0,140</b>    | <b>0,127</b>    | <b>0,424</b>    |

#### 4. CONCLUSÕES

O estudo realizado demonstrou que o uso do dedo frio é uma alternativa promissora, ao sistema de digestão convencional em bloco digestor com sistema totalmente aberto, pois permite o emprego de temperaturas no bloco digestor superior ou não a temperatura de ebulição do ácido, sem ocasionar perdas de reagente, pois se trata de um sistema semi-aberto com a utilização de refluxo.

Através do presente estudo foi constatado que entre as temperaturas e diferentes tempos testados, não houve diferença significativa entre os parâmetros avaliados. A conclusão foi de que o procedimento se mostrou eficiente para a digestão da amostra de carne processada, com tempo mínimo de 30 min de digestão e com a temperatura de 120 °C. Embora o aumento da temperatura de aquecimento não levou a uma diminuição do teor de carbono residual, o uso do dedo frio mostrou ser eficiente para o refluxo de componentes voláteis, pois em todas as condições estudadas, a quantidade de ácido adicionado se manteve após a mineralização das amostras, dispensando um controle minucioso da temperatura e do tempo da digestão. Assim, o analista quando faz uso deste sistema, não precisa mais se preocupar com estes parâmetros, pois independente da temperatura de aquecimento ser superior a dos reagentes e do tempo de aquecimento, não há a mínima possibilidade de ocorrer a secura nos frascos, propiciando um trabalho mais seguro.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] M. G. A. Korn; E. S. Boa Morte; D. C. M. B. Santos; J. T. Castro; J. T. P. Barbosa; A. P. Teixeira, A. P. Fernandes, B. Welz, W. P. C. Santos, E. B. G. N. Santos; M. Korn. *A Review, Appl. Spectrosc. Rev.* 43 (2008) 67-92.
- [2] S. Demirel; M. Tuzen; S. Saracoglu; M. Soylak. *J. Hazard. Mater.* 152 (2008) 1020-1026.
- [3] E. Q. Oreste; A. de Jesus; R. M. de Oliveira; M. M. da Silva; M. A. Vieira; A. S. Ribeiro. *Microchemical Journal*, 2012, doi:10.1016/j.microc.2012.05.034.