

Determinação de Enxofre em Ração para Animais de Pequeno Porte por IC e ICP OES, após decomposição por MIC

Isis G. Toralles^{1*} (IC), Marcelo G. Crizel¹ (IC), Angélica S. dos Reis¹ (IC), Fernanda B. B. Schiavon¹(IC), Leticia S. F. Pereira² (PG), Lucas Schimidt² (PG), Carla de A. Hartwig¹ (PG), Márcia F. Mesko¹ (PQ) - *isistoralles@yahoo.com.br; marcia.mesko@pq.cnpq.br.

¹Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas-RS.

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

Palavras Chave: Enxofre, Ração, IC, ICP OES.

Introdução

Com o advento dos cuidados visando à saúde e o bem-estar dos animais de pequeno porte, é imprescindível o monitoramento da qualidade das rações destinadas à sua alimentação. Dentre os vários elementos que devem ter sua concentração monitorada em ração animal, merece destaque o enxofre (S), o qual está relacionado a obstruções do trato urinário de pequenos animais¹.

Alguns dos métodos empregados em determinações de S, incluem análises descritas pela *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC, 2011)², e pelo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008)³. Entretanto, estes métodos apresentam algumas desvantagens como o elevado tempo de análise, e excessiva manipulação da amostra. Neste contexto, métodos que envolvam a decomposição das amostras por combustão, como, por exemplo, a combustão iniciada por micro-ondas (MIC), tem sido estudados visando a determinação segura dos analitos por técnicas variadas⁴.

Assim, dada a relevância do tema, o presente trabalho teve como objetivo a determinação de S em ração, por cromatografia de íons (IC) e espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), após preparo de amostra por MIC, onde foram avaliadas diferentes concentrações de solução absorvedora.

Resultados e Discussão

As amostras de ração, adquiridas no comércio de Pelotas-RS, foram moídas em processador doméstico (MDR 301[®], Cadence), secas em estufa (50 °C/12 h) e preparadas na forma de comprimidos (300 mg). Posteriormente, foram submetidas a combustão iniciada por micro-ondas (Multiwave 3000, Anton Paar), utilizando 50 µl de NH₄NO₃ (6 mol l⁻¹) como iniciador de combustão, 6 ml de (NH₄)₂CO₃ (10, 50, 100, 200 ou 500 mmol l⁻¹) como solução absorvedora, e pressão de O₂ de 20 bar. O programa de irradiação foi de 1400 W por 5 min, seguido de 20 min de resfriamento. Foi decomposto também o material de referência certificado (CRM) NIST 8414 (*Bovine Muscle*), a fim de avaliar a exatidão do método.

A concentração de S foi determinada em um IC (850 professional IC, Methrom) equipado com sistema de supressão química (833 Suppressor Unit, Metrohm).

Foi utilizada uma coluna de troca aniônica, e uma alça de amostragem de 100 µl. Adicionalmente, a determinação de S foi feita por ICP OES (ÓPTIMA 4300 DV, PerkinElmer). O comprimento de onda monitorado foi de 180.669 nm.

Os resultados obtidos para as determinações de S estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Determinação de S em ração para animais de pequeno porte por IC e ICP OES (n=3).

Concentração de (NH ₄)CO ₃ (mmol l ⁻¹)	IC (µg g ⁻¹)	ICP OES (µg g ⁻¹)
10	6202 ± 261	6466 ± 260
50	6564 ± 413	6960 ± 370
100	6613 ± 376	6498 ± 513
200	6766 ± 487	6443 ± 419
500	5992 ± 631	6618 ± 450

De acordo com os resultados obtidos, pode-se verificar que não houve diferença significativa, quando a solução de (NH₄)₂CO₃, em diferentes concentrações, foi utilizada como solução absorvedora para S, em ambas as determinações. Assim, optou-se por utilizar a concentração de 10 mmol l⁻¹ para as determinações subsequentes devido a menor diluição das amostras, assim como por apresentarem precisão satisfatória. Além disso, nesta concentração, obteve-se concordância superior a 94% com o valor certificado para S, tanto para as determinações por IC quanto por ICP OES, comprovando a exatidão do método proposto.

Conclusões

A MIC, associada à IC e ICP OES, constituiu um método adequado para a determinação de S em ração animal. Cabe destacar que este procedimento de decomposição apresenta algumas vantagens, como rapidez, boa precisão e exatidão, e possibilidade de escolha de solução absorvedora adequada. Além disso, a MIC atende a requisitos preconizados pela “química verde”, devido a um menor consumo de reagentes e menor geração de resíduos.

Agradecimentos

CNPq, Fapergs, Capes, LAQIA/UFSM.

¹Carciofi, A.C. Revista Brasileira de Zootecnia, **2007**, 36, 235.

²Horwitz, W.; Latimer, G. W. AOAC, **2011**.

³IAL, **2008**, 112.

⁴Krug, F. J. Métodos de Preparo de amostras: Fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar, **2008**.