

DIGESTÃO ÁCIDA COM DEDO FRIO APLICADA A DETERMINAÇÃO DE Na e K EM GOMA XANTANA POR F AES

MICHELE BARBOZA DA ROSA¹; NÁTALI OLIVEIRA ALVES¹; ANGELITA DA SILVEIRA MOREIRA¹; CLAIRE TONDO VENDRUSCOLO¹; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO¹; ADRIANE MEDEIROS NUNES²

¹Universidade Federal de Pelotas, Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química- michele.quiamb@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química – adriane.mn@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

A goma xantana é um polissacarídeo natural, produzido por bactérias do gênero *Xanthomonas*, que devido a suas propriedades reológicas (elevada viscosidade e estabilidade) vêm apresentando inúmeras aplicabilidades industriais (MAYER L. et al., 2008). Segundo GARCÍA-OCHOA et al. (2000), para a sua produção são adicionados ao meio de cultivo das bactérias, micronutrientes como sais de Ca, K, Fe, Na e macronutrientes como C e N, sendo que as propriedades da xantana são diretamente influenciadas pela concentração destes, bem como pela natureza dos sais adicionados. Sendo assim, para uma melhor caracterização da xantana, o desenvolvimento de um método analítico simples e confiável para determinação de metais como Na e K se faz necessário. Na literatura, cita-se um procedimento de digestão convencional baseado em uma mistura nitro-perclórica (KLAIC et al, 2011). No entanto, os ácidos utilizados apresentam algumas limitações como: o baixo ponto de ebulição do HNO₃ e as propriedades altamente reativas sob a ação do calor do HClO₄.

Deste modo, o desenvolvimento de metodologias alternativas torna-se necessário, devido aos riscos associados, bem como o despendimento de tempo da metodologia convencional. Com isso, o objetivo deste trabalho é propor uma metodologia utilizando apenas HNO₃ como meio oxidante em um sistema de bloco digestor convencional com adaptação de dedo frio para condensação dos vapores gerados. Assim, aproveita-se o máximo da capacidade de digestão do ácido adicionado, o que permite que adições sucessivas de reagente não sejam necessárias, o que refletiria em elevados brancos e maior tempo para o processo. A aplicação desta metodologia foi empregada para a determinação de Na e K em amostras de goma xantana por espectrometria de emissão atômica em chama (F AES).

2. MATERIAL E MÉTODOS

Para o desenvolvimento da metodologia proposta foram utilizadas 3 amostras de xantanas comerciais. Foram pesadas aproximadamente 0,1 g de amostra diretamente em tubos digestores e, subseqüentemente, foi adicionado 5 mL de HNO₃ (conc.) bidestilado. Em seguida, esses tubos contendo as amostras foram encaminhados ao bloco digestor junto com o sistema de dedo frio. O sistema de aquecimento foi ajustado para uma temperatura de 220°C e deixados por 3 horas. Após o resfriamento, as soluções resultantes foram transferidas para frascos volumétricos de polipropileno e avolumadas a 50 mL com água deionizada.

Em comparação a essa metodologia desenvolvida, também foi aplicada o método convencional de preparo de amostras de xantana. Para essa, a mesma quantidade de massa de amostra foi pesada e posteriormente foram adicionados 5 mL de HNO₃ e levadas ao aquecimento por 2 horas à 100 °C. Após o resfriamento das soluções, foram acrescentados 2 mL de HClO₄ e levados novamente ao aquecimento a 100 °C por mais uma hora.

As leituras instrumentais foram realizadas em um espectrofotômetro de chama, o qual foi calibrado com soluções aquosas no mesmo meio de preparo das amostras, em uma faixa de calibração de 0,1 a 3,0 mg L⁻¹ e 0,2 a 1,4 mg L⁻¹ para Na e K, respectivamente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Como a xantana é um polissacarídeo de cadeia longa, o uso de temperaturas relativamente altas (maiores que 200 °C) para uma completa abertura da amostra se faz necessário, fator este limitante para digestão em meio de HNO₃ baseado em um sistema convencional de abertura de amostra. O uso de um sistema alternativo com dedo frio adaptado ao sistema convencional, o qual trabalha sob ação de um refluxo, possibilitou o uso de temperaturas maiores, sem que fosse necessária a reposição do reagente.

Considerando os parâmetros de méritos para ambas as metodologias empregadas, observa-se uma maior sensibilidade e menores limites de detecção (LD) para a metodologia proposta utilizando sistema com dedo frio. Esses parâmetros encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros de mérito para as duas metodologias empregadas.

Analito	Dig. HNO ₃ /HClO ₄			Dig. HNO ₃ com Dedo Frio		
	a(mg/L)	LD(mg/g)	R	a(mg/L)	LD(mg/g)	R
Na	0,1439	0,033	0,999	0,1539	0,031	0,999
K	0,1000	0,047	1,000	0,1500	0,032	1,000

Os resultados analíticos para as concentrações de Na e K encontrada nas diferentes amostras de xantanas estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Resultados para Na e K por F AES (n=3).

Analito	Amostra	Dig. HNO ₃ /HClO ₄		Dig. HNO ₃ com Dedo Frio	
		Ve. (mq/q)	RSD (%)	Ve. (mq/q)	RSD (%)
K	A	1,259 ± 0,004	0,33	1,190 ± 0,019	1,60
	B	22,433 ± 0,059	0,26	20,735 ± 0,164	0,26
	C	10,963 ± 0,006	0,06	10,931 ± 0,033	0,30
Na	A	22,847 ± 0,114	0,50	22,718 ± 0,555	2,44
	B	13,111 ± 0,034	0,24	13,453 ± 0,109	0,81
	C	2,621 ± 0,001	0,04	2,634 ± 0,008	0,30

A = Farmaquímica; B = Jungbunzlaver; C = Kelgum; Ve. = Valor encontrado

Conforme pode ser visualizado na Tabela 2, a metodologia proposta apresentou resultados semelhantes aos obtidos com o método convencional. Esses resultados foram então submetidos a testes estatísticos (teste *t-Student* pareado), pelo qual comprovou uma concordância a um nível de 95 %. Desta forma, a exatidão da metodologia proposta pode ser verificada. Cabe salientar também que, o método proposto apresenta uma boa precisão entre as médias.

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, a partir da digestão das amostras somente em meio de HNO₃, pelo procedimento proposto com o uso de um sistema com dedo frio, pode-se concluir que este se apresenta como uma metodologia segura, simples e reprodutível para a quantificação de Na e K em amostras de xantana por F AES. Mostrou-se assim, que o procedimento proposto é uma alternativa promissora aos métodos convencionais de análise, uma vez que o uso de HClO₄ é extremamente perigoso, além de ser um reagente caro e difícil acesso.

Como perspectivas futuras, deseja-se ampliar os estudos de aplicação do sistema de dedo frio para a determinação de outros elementos como Ca e Mg em amostras de xantanas, permitindo desta forma uma melhor caracterização destas amostras que são amplamente utilizadas como aditivos alimentares.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

GARCÍA-OCHOA, F.; SANTOS, V.E.; CASAS, J.A.; GÓMEZ, E. Xanthan gum: production, recovery, and properties. **Biotechnology Advances**, v. 18, p.549-579, 2000.

KLAIC, P. M. A.; NUNES, A. M.; MOREIRA, A. S.; VENDRUSCOLO, C. T.; RIBEIRO, A. S. Determination of Na, K, Ca and Mg in xanthan gum: Sample treatment by acid digestion. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, p.1895–1900, 2011.

MAYER, L.; VENDRUSCOLO, C. T.; SILVA, W. P.; MOURA, A. B. Produção, propriedades reológicas e composição química da Xantana produzida por *xanthomonas axonopodis* pv. *phaseoli*. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 02, n. 02, p. 87-95, 2008.