



UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA  
INSTITUTO DE QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

WELLINGTON CORREIA DE CARVALHO

**DESENVOLVIMENTO DE PROCEDIMENTO PARA DECOMPOSIÇÃO  
DE CELULOSE ASSISTIDA POR RADIAÇÃO MICRO-ONDAS  
VISANDO DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES INORGÂNICOS  
POR TÉCNICAS ESPECTROMÉTRICAS**

Salvador

2015

WELLINGTON CORREIA DE CARVALHO

**DESENVOLVIMENTO DE PROCEDIMENTO PARA DECOMPOSIÇÃO  
DE CELULOSE ASSISTIDA POR RADIAÇÃO MICRO-ONDAS  
VISANDO DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES INORGÂNICOS  
POR TÉCNICAS ESPECTROMÉTRICAS**

Dissertação de mestrado apresentada ao Colegiado do Programa de Pós-graduação em Química, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Química.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria das Graças Andrade Korn

Salvador

2015

## Sistema de Bibliotecas – IQ/UFBA

Carvalho, Wellington Correia de

Desenvolvimento de procedimento para decomposição de celulose assistida por radiação micro-ondas visando determinação de contaminantes inorgânicos por técnicas espectrométricas. / Wellington Correia de Carvalho. – 2016.

63 f. il.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Maria das Graças Andrade Korn

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador, 2015

1. Celulose. 2. Radiação – Micro-ondas. 3. Compostos inorgânicos - Contaminação. 4. Acido nitrico. 5. Análise espectral. I. Korn, Maria das Graças Andrade. II. Universidade Federal da Bahia. Instituto de Química. IV. Título.

CDD – 543

CDU – 543.62:547.458.81

*A minha mãe Jaci que me ensinou duas coisas importantes na vida: o respeito e a gratidão pelas pessoas.*

## AGRADECIMENTOS

A Deus que me deu força e coragem para conseguir vencer os obstáculos que enfrentei até aqui.

À professora Dr<sup>a</sup>. Maria das Graças Andrade Korn, pela orientação na realização deste trabalho, acolhida no grupo e compreensão.

A minha família que esteve sempre por perto com toda paciência do mundo. Muito obrigado por tudo que fizeram. Em especial a minha mãe, Jaci, que sem sua presença ao meu lado, nada disso seria possível, minha imensa gratidão e amor.

Ao meu sobrinho Gabriel, que quebrava minha rotina, me trazendo sorrisos e tranquilidade ao mesmo tempo, quando ficava apenas sentado do lado do tio.

Ao GPQA que me acolheu de braços abertos, sempre prontos para ajudar. Valeu por tudo Milena, Lais, Luciane, Larissa, Taiana, aprendi muito com cada um de vocês.

À amiga de todas as horas Isa, que quando eu pensava que estava chegando já estava por perto com seu apoio e companheirismo nos momentos mais difíceis e nos mais divertidos também.

À professora Daniele Muniz, obrigado pelo apoio a todo momento e altas risadas. Lembrando que, a minha experiência de docência com você foi muito proveitosa!!!

À Arlene, que sempre esteve por perto com um belo sorriso e um abraço que faz bem, tem todo meu carinho e gratidão.

A turma de trabalho que me acompanhou nesta trajetória com todo apoio e companheirismo: OBRIGADO! Em especial a Adriana e D. Marise pela amizade.

Ao Paulo Homero por mais um apoio na minha vida profissional.

À empresa Jari Celulose por disponibilizar as amostras para realização deste trabalho.

À CAPES pelo apoio financeiro.

Ao professor Rennan e a Felipe pela ajuda com a quimiometria e estatística.

Enfim, a todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho meu MUITO OBRIGADO.

CARVALHO, W.C. DESENVOLVIMENTO DE PROCEDIMENTO PARA DECOMPOSIÇÃO DE CELULOSE ASSISTIDA POR RADIAÇÃO MICRO-ONDAS VISANDO DETERMINAÇÃO DE CONTAMINANTES INORGÂNICOS POR TÉCNICAS ESPECTROMÉTRICAS. Dissertação de mestrado – Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2015.

## RESUMO

O objetivo deste trabalho foi propor um procedimento alternativo para a decomposição de amostras de celulose empregando ácido nítrico diluído em forno de micro-ondas com cavidade, para posterior determinação de Ca, Cu, Fe, Mg, Na e Si por ICP OES. Análises preliminares foram realizadas para avaliação da eficiência de digestão com 500 mg de amostra, ácido nítrico e peróxido de hidrogênio que, a partir destas, a utilização de 1 mL de peróxido de hidrogênio com ácido nítrico a  $8,0 \text{ mol L}^{-1}$  apresentaram resultados adequados como condições experimentais iniciais. Um planejamento fatorial completo foi realizado para avaliação do efeito da concentração de ácido nítrico e do tempo de espera na temperatura de  $180^\circ\text{C}$  na última etapa do programa de aquecimento do forno. A maior eficiência de digestão foi obtida com o tempo de 15 min e concentração de  $\text{HNO}_3$  de  $4,0 \text{ mol L}^{-1}$ . Não foi observado efeito de matriz para nenhum dos analitos avaliados. Os parâmetros de desempenho avaliados foram: sensibilidade, faixa linear de trabalho, exatidão, precisão, limites de detecção e quantificação de cada espécie. A exatidão foi avaliada comparando os valores de concentração dos analitos obtidos no procedimento proposto por radiação micro-ondas com o procedimento recomendado que utiliza a calcinação na decomposição da amostra, não apresentando diferenças significativas entre os resultados, quando aplicados os testes estatísticos F e t ao nível de confiança de 95 %. Teste de adição e recuperação de analitos também foram aplicados, com valores de recuperação adequados que variam de 88 a 102 %. A precisão do procedimento proposto foi avaliada a partir do desvio padrão relativo menor ou igual a 6,0% para todos os analitos. Então o procedimento foi aplicado a três amostras de celulose que foram disponibilizadas por plantas industriais diferentes. A faixa de concentração dos analitos nas amostras foram: Ca ( $56$  a  $97 \text{ mg Kg}^{-1}$ ), Fe ( $1,65$  a  $43 \text{ mg Kg}^{-1}$ ), Mg ( $15$  a  $119 \text{ mg Kg}^{-1}$ ), Na ( $67$  a  $915 \text{ mg Kg}^{-1}$ ), Si ( $11$  a  $15 \text{ mg Kg}^{-1}$ ). O procedimento proposto tem como vantagens redução no tempo de decomposição do material, quantidade de reagentes e efluentes gerados, bem como menores riscos de contaminação e perda de elementos voláteis.

Palavras-chave: Celulose. Radiação micro-ondas. Preparo de amostras. Contaminantes inorgânicos. ICP OES.