

Otimização dos fatores experimentais de um reator de fotólise oxidativa para determinação de espécies metálicas em mel por ICP OES.

Greice T. Macarovscha* (PG), Camila M. Franco (PG), Thiago M. R. Gianeti (PG), Rafael A. de Sousa (PG) e Solange Cadore (PQ).

Departamento de Química Analítica – Instituto de Química, UNICAMP, CP 6154, CEP 13084-971
*greice@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: espécies metálicas, mel, planejamento experimental, ICP OES, fotólise oxidativa.

Introdução

As espécies metálicas essenciais à dieta humana podem estar presentes no mel de abelhas assim como os metais de transição, entre eles alguns indesejáveis. Suas concentrações podem ser indicativas da qualidade e origem geográfica do mel e também da poluição ambiental de determinada área. A determinação de espécies metálicas em alimentos ricos em açúcares tem sido um desafio analítico, devido a efeitos de matriz. Sendo assim, é necessário um pré-tratamento para destruir a matriz orgânica e/ou extrair os íons metálicos ligados aos complexos orgânicos.

Um procedimento para preparo/extração utilizado nas determinações de elementos metálicos em mel é a fotólise oxidativa, na qual as amostras são expostas por um tempo determinado e em condições estabelecidas à radiação ultravioleta emitida por uma lâmpada, reduzindo-se a matéria orgânica total das amostras.

Utilizando ferramentas estatísticas de planejamento fatorial é possível determinar a melhor condição de preparo da amostra variando-se diversos fatores ao mesmo tempo e, através de programas apropriados obter os fatores que são significativos para a melhora do sinal analítico.

Resultados e Discussão

Um reator construído no laboratório foi utilizado para a fotólise oxidativa da amostra de mel e um planejamento experimental de fração meia 2^{5-1} foi realizado para o estudo dos fatores experimentais envolvidos: potência da lâmpada (125 e 400W), tempo de exposição (30 e 60 minutos), volume de HNO_3 concentrado (1 e 2 mL), volume de H_2O_2 30% V/V (1 e 5 mL) e volume de amostra (1 e 2 mL). Uma solução estoque de mel foi preparada a 90% (m/v) e as espécies Mn, Cd, Pb, Se, Zn, Ba, Cu, Co, Fe, Al, Cr, Tl, As, Sb, Mo e V foram adicionadas nas amostras, para um estudo de adição/recuperação de analitos empregando uma curva de calibração externa, com padrões multielementares em meio aquoso. Com relação às medidas analíticas, foi utilizado um espectrômetro

de emissão óptica da Perkin-Elmer (Optima 3000 DV) configurado axialmente e operando em

condições adequadas para amostras aquosas (potência de 1300 W; $0,8 \text{ L min}^{-1}$ de vazão de nebulização e $0,5 \text{ L min}^{-1}$ de vazão do argônio auxiliar). As porcentagens médias de recuperação encontradas para cada analito nos diferentes experimentos foram: Mn ($101,4 \pm 2,1$); Cd ($95,1 \pm 2,3$), Pb ($89,5 \pm 3,8$), Se ($109,4 \pm 6,2$), Zn ($98,2 \pm 8,6$), Ba ($96,8 \pm 3,7$), Cu ($98,4 \pm 2,1$), Co ($95,0 \pm 2,2$), Fe ($100,4 \pm 5,5$), Cr ($98,0 \pm 5,0$), Tl ($110,7 \pm 19,2$), As ($91,6 \pm 3,2$), Sb ($97,9 \pm 7,6$), Mo ($103,5 \pm 2,3$), V ($71,3 \pm 1,8$) e Al ($95,7 \pm 6,2$).

Os resultados das amostras submetidas a fotólise foram comparados com os resultados das amostras lidas diretamente, dopadas e diluídas nas mesmas condições das amostras submetidas ao tratamento, resultando em uma porcentagem de recuperação relativa para cada analito.

Os resultados foram tratados utilizando o programa Statgraphics Plus 3.0 e a análise dos gráficos normais dos efeitos mostraram quais variáveis influenciaram na recuperação de cada elemento.

Foi possível observar que de forma geral a potência da lâmpada teve efeito estatisticamente significativo na melhora da recuperação para a maioria dos elementos, indicando que a lâmpada de 400 W é a ideal para fotólise das amostras de mel. Alguns efeitos de interação também se mostraram significativos, porém como se tratam de muitos analitos estudados o interessante foi observar a característica geral da otimização para o reator.

Conclusões

A utilização de planejamento experimental para otimização de procedimentos de preparo de amostra em um reator de fotólise oxidativa é essencial para encontrar fatores em comum para a determinação simultânea de vários elementos. A utilização de um planejamento em fração meia permitiu que com apenas 16 experimentos fossem estudadas 5 variáveis, obtendo-se então as melhores condições analíticas para posterior determinação de espécies metálicas em amostras de mel.

Agradecimentos

Ao CNPq, Capes e Fapesp.