

Desenvolvimento de Método de Preparo de Amostra para a Determinação de Br e I em Mel por ICP-MS

Vanize C. da Costa¹ (PG)*, Natanael R. X. Pires² (PG), Filipe S. Rondan¹ (IC), Rochele S. Picoloto³ (PG), Paola de Azevedo Mello³ (PQ), Márcia F. Mesko¹ (PQ) (vanizecaldeira@gmail.com)

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

² Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil.

³ Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, Brasil.

Palavras Chave: Combustão, Halogênios, Mel

Introdução

O mel vem sendo utilizado como alimento e para fins terapêuticos desde a pré-história e, atualmente, é amplamente produzido no Brasil. Assim, informações a respeito do teor de Br e I no mel passam a ser relevantes, tendo em vista que o excesso ou a carência dos mesmos podem causar danos ao organismo humano.¹ Todavia, cabe ressaltar que a determinação de Br e I tem sido considerada um desafio, principalmente, no que diz respeito a etapa de preparo de amostra, visto que os métodos convencionais, geralmente, empregam ácidos concentrados, ocasionando a formação de espécies voláteis e, assim, a perda desses elementos.³ Nesse sentido, métodos de preparo de amostra envolvendo o uso de soluções alcalinas³ e técnicas de combustão, como a combustão iniciada por micro-ondas (MIC)², têm sido propostos como uma alternativa para decomposição de amostras para posterior determinação de halogênios. Assim, o presente trabalho propõe o uso da MIC para decomposição de mel para a subsequente determinação de Br e I por ICP-MS.

Resultados e Discussão

As amostras de mel de diferentes regiões foram adquiridas e dentre essas, uma foi escolhida aleatoriamente para a otimização do método proposto, e as demais foram utilizadas para averiguar a aplicabilidade do mesmo. Para a decomposição do mel por MIC foram preparados invólucros contendo mel (100 a 1000 mg) e diferentes misturas de auxiliares de combustão. Após os invólucros foram dispostos nos suportes de quartzo contendo um disco de papel filtro umedecido com 50 µl de NH₄NO₃ 6 mol l⁻¹ (iniciador de combustão) e, inseridos nos frascos de quartzo, contendo 6 ml de solução absorvedora (NH₄OH ou (NH₄)₂CO₃ de 25 a 150 mmol l⁻¹). Em seguida, os frascos foram fechados, pressurizados com 20 bar de O₂ e inseridos no forno micro-ondas Multiwave 3000® (Anton Paar). O programa de irradiação foi otimizado e a melhor condição foi: 1400 W por 50 s; 0 W por 3 min; 1400 W por 4 min; 0 W por 20 min. As determinações de Br e I foram feitas por ICP-MS

37ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

e a exatidão do método foi avaliada por meio de ensaios de recuperação e pela decomposição do material de referência (RM) NIST 8435 (*Whole Milk Powder*). O RM NIST 8435 também foi decomposto em meio a matriz da amostra, devido a inexistência de um CRM ou RM com matriz semelhante à amostra. Assim, por meio da MIC foi possível decompor até 1000 mg de amostra, quando misturada com 400 mg de celulose microcristalina e 100 µl de NH₄NO₃. Neste contexto, a celulose contribuiu para que a reação de combustão ocorresse de um modo mais controlado, evitando a projeção da amostra. Recuperações quantitativas para Br e I (96 a 106%) foram obtidas para todas as soluções absorvedoras avaliadas. Entretanto, a solução de NH₄OH 50 mmol l⁻¹ foi considerada adequada para a absorção de Br e I, devido ter proporcionado a obtenção de baixos RSDs (< 6%) e melhores condições durante as determinações por ICP-MS. Além disso, quando utilizada essa solução durante a MIC, foram obtidas concordâncias superiores a 98% com os valores de referência para ambos os analitos. Os limites de detecção (LODs) para Br e I foram de 34 e 6 µg kg⁻¹, respectivamente. Desta forma, a MIC foi aplicada para decomposição das demais amostras de mel e as concentrações de Br variaram de 581 a 3836 µg kg⁻¹. Por outro lado, a concentração de I, em todas as amostras, encontrou-se abaixo do LOD.

Conclusões

O método proposto mostrou-se adequado para a decomposição de mel e posterior determinação de Br e I por ICP-MS, sendo possível decompor, pela primeira vez usando a MIC, até 1000 mg de amostra com o mínimo uso de reagentes, como recomendado pela química verde. Além disso, trata-se de um método rápido, exato e preciso.

Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq, LAQIA/UFSM e UFPel.

¹WHO: WORLD HEALTH ORGANIZATION, Trace elements in human nutrition and health. Geneva, 1996.

²Flores, E. M. M.; Barin, J. S.; Paniz, J. N. G.; Medeiros, J. A., Knapp, G. *Anal. Chem.*, **2004**, 76, 3526.

³Nóbrega, J. A.; Santos, M. C.; Sousa, R. A.; Cadore, S.; Barnes, R. M.; Tatro, M. *Spectrochim. Acta Part B*, **2006**, 61, 465.