

DETERMINAÇÃO DE MINERAIS EM MEL POR ICP-OES APÓS TRATAMENTO DA AMOSTRA COM FOTÓLISE OXIDATIVA

Taise Suéllen de Castro, Thiago M. R. Gianeti, Greice T. Macarovich e Solange Cadore*.

DQA – IQ – UNICAMP, CP 6154, CEP 13084-971, Campinas – SP, Brasil

*cadore@iqm.unicamp.br

Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica - PIBIC

Fotólise oxidativa – Mel – ICP OES



MEL

- Origem de mais de 2500 tipos de flores de plantas diferentes.
- Mistura complexa de água, carboidratos e minerais.
- Concentração dos minerais relacionam-se com o meio ambiente - origem geográfica e nível de poluição.
- Suplemento alimentar e coadjuvante terapêutico.

Utilização da radiação UV de uma lâmpada de vapor de Hg para pré- tratamento da amostra visando diminuir a matéria orgânica.

Técnica analítica de emissão óptica multielementar e simultânea que permite a determinação de diferentes espécies metálicas.

FOTÓLISE

ICP OES

INTRODUÇÃO

CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS ICP OES

Vazão da amostra	1,0 mL min ⁻¹
Potência da radio-frequência	1,3 KW
Vazão do argônio principal	15 L min ⁻¹
Vazão do argônio auxiliar	0,5 L min ⁻¹
Vazão de nebulização da amostra	0,8 L min ⁻¹
Tempo de espera	30 s
Tempo de auto-integração	1 – 5 s, min - máx
Replicatas	3
Elementos e comprimentos de onda (nm)	Mn II 257,610; Cd II 214,438; Pb II 220,353; Se I 196,026; Zn II 213,856; Ba II 233,527; Cu II 324,754; Co II 228,616; Fe II 238,204; Cr II 205,560; Ni II 232,003; As I 193,696; Mo II 202,031; Na I 330,237; Al I 308,215; Ca II 317,993 (rd); Mg II 279,553 (rd); K I 766,490 (rd)
Correção de fundo	2 pontos



OBJETIVO

Otimização dos parâmetros de um reator de fotodigestão por UV



Determinação de espécies metálicas utilizando a técnica ICP OES

RESULTADOS

FOTODIGESTÃO Amostras expostas por 20 minutos à radiação UV 400 W.

AMOSTRAS SUBMETIDAS AO TRATAMENTO

FOTODIGESTOR

METODOLOGIA



Parte externa

Corpo cilíndrico externo em aço inoxidável com 38 cm de altura e 12,5 cm de diâmetro.

Resfriamento

Microventilador na parte inferior.

Fonte de Radiação UV

Lâmpada de vapor de Hg com potência de 125 W ou 400 W.

Porta amostra e tubos

Porta amostra disposto radialmente com capacidade para 9 tubos de quartzo (2,0 cm diâmetro e 11,0 cm de altura) com tampas.

Controle de ventilação e da lâmpada independentes

OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE FOTÓLISE

➔ Avaliação do Carbono Orgânico Total em amostras tratadas com variados tempos de exposição à radiação UV em potência de 125 W ou 400 W.

PREPARO DAS AMOSTRAS

Solução 60% de mel em água deionizada



10 min sob agitação + Ultrassom: 30 min



Adição de analitos em dois níveis.

10 mL nos tubos de quartzo + 6,0 mL H₂O₂ 30% + 0,25 mL de Y 100 mg L⁻¹



Exposição à radiação (400 W) por 20 min com subintervalos de resfriamento de 5 min.



Transferência para balão de 25 mL

Elemento/ LOD (mg Kg ⁻¹)	Níveis de Adição (mg Kg ⁻¹)	Recuperação (%)	Concentração encontrada (mg Kg ⁻¹)			
			A	B	C	D
Cu	16,0/30,0	99,5/108,1	13,14 ± 1,00	48,19 ± 0,86	59,17 ± 1,12	26,61 ± 0,20
Mg	16,0/30,0	91,5/99,4	7,931 ± 0,560	40,37 ± 2,75	37,98 ± 2,74	8,367 ± 0,064
K	6,00/10,00	59,8/92,8	336,9 ± 22,2	671,6 ± 9,9	724,6 ± 31,8	479,6 ± 3,6
Na	1,00/10,0	69,0/84,2	5,913 ± 1,736	4,908 ± 0,295	7,131 ± 0,624	18,74 ± 0,14
Mn	0,20/2,00	99,0/99,1	1,011 ± 0,033	1,947 ± 0,036	2,380 ± 0,040	1,881 ± 0,010
Cu	0,10/1,00	102,1/94,6	0,1596 ± 0,0183	0,2000 ± 0,0252	0,2417 ± 0,0285	0,1081 ± 0,0008
Fe	0,10/1,00	90,1/95,9	0,6423 ± 0,0644	1,958 ± 0,048	2,420 ± 0,048	0,5462 ± 0,0042
Zn	0,06/0,60	70,5/80,1	0,5306 ± 0,0278	0,4137 ± 0,0268	0,4483 ± 0,0214	0,0221 ± 0,0000
Al	0,50/5,00	78,1/85,2	2,763 ± 0,523	2,829 ± 0,123	4,271 ± 0,278	1,997 ± 0,015
Mo	0,10/1,00	98,8/106,1	<LOD	0,0730 ± 0,0056	<LOD	<LOD
Cd	0,05/0,50	88,3/90,7	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Ba	0,05/0,50	91,8/94,6	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Cr	0,20/2,00	99,9/101,0	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Ni	0,20/2,00	87,1/88,4	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Pb	0,50/5,00	73,9/76,8	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Se	0,25/2,50	139,9/143,0	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Co	0,20/2,00	104,4/106,4	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
As	0,30/3,00	113,7/117,3	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD

*Amostras A: mel de flores silvestres - SP, B: mel de flores do campo - SP, C: mel de flores silvestres - MG e D: mel de flores silvestres - RS

© Para a maioria dos analitos a recuperação ficou entre 90 e 110%.



CONCLUSÕES

- Construção do fotodigestor: utilização de peças recicláveis e materiais disponíveis comercialmente reduz o preço final do equipamento;
- Tratamento por fotodigestão: alternativa rápida que não utiliza reagentes agressivos ao meio ambiente;
- Permite avaliação de espécies metálicas em mel, por ICP-OES, com mínima manipulação e transferências das amostras, fornecendo baixos valores de LOD's.