



## OTIMIZAÇÃO DA DIGESTÃO DE AMOSTRAS DE MEL PARA ANÁLISES POR ICP-MS ATRAVÉS DO MÉTODO MULTIRRESPOSTA DE DERRINGER & SUICH

**Ana Beatriz P. Leme<sup>a,b\*</sup> (PG), Silmara R. Bianchi<sup>a,b</sup> (PG),  
Renato L. Carneiro<sup>a</sup> (PQ), Ana Rita A. Nogueira<sup>b</sup> (PQ).**

<sup>a</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil

<sup>b</sup>Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP, Brasil

\*e-mail: ana\_beatriz\_leme@hotmail.com

A determinação de constituintes inorgânicos em mel não é trivial, visto suas baixas concentrações e os altos teores de carbono. Assim, é oportuno observar que, dentre todas as operações analíticas, a etapa de pré-tratamento das amostras é a mais crítica. Em geral, essa etapa é a que mais agrega erros na medida, a que consome mais tempo e que governa a precisão e a exatidão dos resultados<sup>1</sup>. Desta forma, a utilização de ácidos diluídos na decomposição de amostras empregando radiação micro-ondas tem se mostrado atrativa, pois, reduz custos, minimiza os resíduos gerados, aumenta a segurança e reduz os valores de branco analítico<sup>2</sup>. A determinação de elementos traço em mel pode ser realizada por espectrometria de massas acoplada a plasma indutivo (ICP-MS), uma técnica de elevada sensibilidade mas que apresenta algumas limitações quanto à introdução da amostra, como a baixa quantidade de sólidos dissolvidos (0,2 a 2%) e a baixa acidez final (1 a 2%). Visto isso, o objetivo deste trabalho foi otimizar um método de preparo de amostra de mel, minimizando simultaneamente o carbono residual e a acidez final (variáveis dependentes) para a determinação de elementos traço em mel por ICP-MS. Para isso, foi utilizado um planejamento experimental estrela modificado, cujas variáveis independentes foram a concentração do ácido e a potência do micro-ondas. Para unificação das respostas foi adotado o conceito de otimização multirresposta e desejabilidade global de Derringer & Suich<sup>3</sup>. Antes da digestão, foi realizada uma pré-digestão com duração de 15 h, onde foram pesados 0,2 g de mel e adicionados 4 mL de HNO<sub>3</sub>. Após a pré-digestão, adicionou-se 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% m/m) e realizou-se a digestão em um forno de micro-ondas com cavidade (Ethos 1600, Milestone). Os níveis estudados para a concentração ácida foram: 2 mol L<sup>-1</sup>; 3,8 mol L<sup>-1</sup>; 8,0 mol L<sup>-1</sup>; 12,2 mol L<sup>-1</sup> e 14 mol L<sup>-1</sup> e as potências empregadas na digestão: 500 W, 573 W, 750 W, 927 W e 1000 W, sendo o programa de aquecimento construído com uma rampa de 10 min e um patamar de 5 min. Para determinar a acidez final realizou-se uma titulação com NaOH (1 mol L<sup>-1</sup>) e 10 mL da amostra digerida, sendo que como indicador foi utilizada fenolftaleína. Para determinar o carbono residual utilizou-se espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES, Vista Radial, Varian). As curvas de calibração foram feitas com biftalato de potássio e uma amostra de mel apenas diluída em água foi quantificada, sendo o teor obtido considerado 100% de carbono originalmente presente na amostra. Nesse procedimento, todas as amostras foram aquecidas à 100 °C por 20 min para eliminação do CO<sub>2</sub> do meio. Através da superfície de respostas da desejabilidade global produzida para os níveis 750W, 927W e 1000W. Os outros resultados empíricos não foram adicionados, pois a superfície gerada era demasiada complexa para modelagem com os experimentos propostos. Foi encontrado que o nível 1000 W e 14mol L<sup>-1</sup> apresentou o menor teor de carbono residual, porém altíssima acidez, não sendo apropriado para a análise proposta. Já os níveis 750 W e 2mol L<sup>-1</sup> e 1000 W e 2mol L<sup>-1</sup> forneceram as melhores respostas combinadas para carbono e acidez residual.

FAPESP, CNPq, INCTAA

[1] KRUG FJ, Métodos de preparo de amostras – Fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar, Piracicaba, 1ª. Ed., 2008, Brasil.

[2]Costa LM, Gouvêia ST, Nóbrega JA, Anal. Sci. 18 (2002) 313-318.

[3]Derringer G, Suich R, J. Qual. Technol. 12 (1980) 214–219.