

Determinação de Cl e F em Peixe após Decomposição por Combustão Iniciada por Micro-ondas

Marcelo G. Crizel¹ (PG)*, Arthur H. da Silva Neves¹ (PG), Eliézer Q. Oreste¹ (PG), Isis G. Toralles¹ (PG), Vanize C. da Costa¹ (PG), Márcia F. Mesko¹ (PQ) (necocrizel2008@hotmail.com)

¹ Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, 96010-610, Pelotas, RS, Brasil;

Palavras Chave: Peixe, Cloro, Flúor, MIC

Introdução

Para garantir uma maior segurança alimentar, é importante monitorar certos elementos traços em produtos alimentícios. O cloro é essencial para o bom funcionamento do organismo, pois é um regulador da pressão osmótica, do pH do sangue e um dos componentes do suco gástrico. Contudo, o consumo excessivo desse elemento pode causar efeitos deletérios à saúde, como acidose metabólica.^{1,2} O flúor, também apresenta suas essencialidades, principalmente evitando a cárie dentária, mas também pode se tornar maléfico em excesso, causando fluorose óssea.^{2,3} Para a determinação de Cl e F, as atenções são voltadas para a etapa de preparo das amostras, devido a contaminações e perdas de analito por volatilização. A combustão iniciada por micro-ondas (MIC) pode ser considerada como um método eficiente e seguro para a decomposição de amostras e posterior determinação de Cl e F por cromatografia de íons (IC) e por eletrodo de íon seletivo (ISE), tendo-se em vista as aplicações dessa técnica para outras matrizes.⁴ Assim, o presente trabalho tem por objetivo a decomposição de peixe por MIC para posterior determinação de Cl e F por IC e ISE.

Resultados e Discussão

Amostras de peixe da espécie *Genidens genidens*, foram adquiridas em comércio local de Pelotas (RS). As amostras foram lavadas com água ultrapura, moídas, secas e armazenadas sob refrigeração. Para o preparo das amostras por MIC, foram preparados invólucros com filme de polietileno, contendo 500 mg de amostra, os quais foram selados por aquecimento. As amostras foram colocadas nos suportes de quartzo, contendo papel filtro umedecido com 50 µL de NH_4NO_3 6 mol L^{-1} . Posteriormente, os suportes foram colocados no interior dos frascos de quartzo contendo 6 mL das diferentes soluções absorvedoras avaliadas (H_2O ou NH_4OH nas concentrações de 25 a 100 mmol l^{-1}). Os frascos foram fechados, pressurizados com 20 bar de O_2 , e o seguinte programa de irradiação foi empregado: 1400 W por 50 seg; 0 W por 3 min; 1400 W por 4 min; 0 W por 20 min. As determinações de Cl e F foram realizadas por IC. Adicionalmente, F foi determinado por ISE. Na Figura 1 estão apresentados os resultados obtidos

para o estudo da solução absorvedora que, foi realizado somente para Cl, uma vez que o mesmo apresenta um caráter mais ácido que o F. Como pode ser observado na Figura 1, a água pode ser utilizada de modo satisfatório para absorção de Cl, uma vez que a concentração encontrada não diferiu significativamente das obtidas para as demais soluções estudadas ($p < 0,05$). A concentração de Cl na amostra foi de $2550 \pm 141 \mu\text{g g}^{-1}$ (RSD 5,5%).

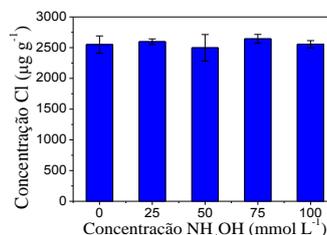


Figura 1 – Estudo da concentração da solução absorvedora para a determinação de Cl por IC.

Para F a concentração encontrada por ISE e IC ficou abaixo do LQ nas condições adotadas. Contudo, estudos posteriores serão realizados, considerando maior massa de amostra e/ou menor diluição das soluções resultantes, a fim de se obter a quantificação desse halogênio em peixe. Os LDs e LQs obtidos para o método empregando IC, foram 2,0 e 5,5 mg kg^{-1} para Cl e de 3,0 e 8,5 mg kg^{-1} para F, respectivamente. Para avaliação da exatidão do método foi utilizado um material de referência certificado ERM BB422 (*Muscle Fish*). A concordância entre o valor informado para Cl (3,5 g kg^{-1}) e o valor encontrado ($3,55 \pm 0,012 \text{ g kg}^{-1}$) foi de 102%, indicando que o método proposto é exato.

Conclusões

Com base nos estudos realizados, foi possível desenvolver um método simples e confiável para a determinação de Cl em peixe por IC. Contudo estudos ainda são necessários para a determinação de F, bem como outros halogênios.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPERGS e UFPel

¹ Fechetia, M.; Tognon, A. L. e Veiga, M. A. M. S. *Spectrochim. Acta Part B* **2012**, 71, 98.

² Welz, B.; Lepri, F. G.; Araujo, R. G. O.; Ferreira, S. L. C.; Huang, M.; Okrus, M. e Becker-Ross, H. *Anal. Chim. Acta.* **2009**, 647, 137.

³ Ozbek, N. e Akman, S. *Food Chem.* **2013**, 138, 650.

⁴ Flores, E. M. M.; Barin, J. S.; Paniz, J. N. G.; Medeiros, J. A. e Knapp, G. *Anal. Chem.* **2004**, 76, 3525.