

Emprego da extração induzida por quebra de emulsão na determinação de Cd(II) em cápsulas de ômega-3 e quantificação por TS-FF-AAS

Marcela Zanetti Corazza¹ (PQ), Bruna Fabrin Somera¹ (PG), César R. T. Tarley^{1,2} (PQ)*

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. ²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica – Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP. *ctarleyquim@yahoo.com.br

Palavras Chave: Extração por quebra de emulsão, ômega-3, metais.

Introdução

Atualmente, a contaminação de metais pesados em ambientes aquáticos, incluindo água, sedimento e peixes têm aumentado substancialmente e posteriormente tem sido transferido para os seres humanos através da cadeia alimentar. No entanto, a carne de peixe, bem como seu óleo, ricos em ácidos graxos poli-insaturados (ômega-3), vem sendo expressivamente consumidos pela população devido aos seus benefícios associados à saúde humana, como por exemplo, elevado conteúdo proteico e baixo teor de gordura saturada. Embora os efeitos benéficos associados ao consumo desses alimentos sejam conhecidos, sua contaminação por metais pesados, como cádmio tem gerado grande preocupação. O cádmio quando ingerido, mesmo em baixas concentrações, pode causar disfunção renal e hepática, hipertensão, doenças de pele e tumores. Com base nisso, e visando superar os problemas encontrados na análise direta de amostras oleosas, diferentes estratégias de preparo de amostras têm sido propostas. Entre elas, destaca-se a extração induzida por quebra de emulsão (EIQE), uma vez que este procedimento permite realizar a calibração com soluções padrão aquosa, o tempo requerido para completa extração do metal é baixo e a pré-concentração do analito pode ocorrer na fase aquosa da extração. Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo desenvolver um método simples e rápido para determinação de cádmio em cápsulas de ômega-3, disponíveis comercialmente, empregando o método de extração por quebra de emulsão e determinação por espectrometria de absorção atômica com spray térmico (TS-FF-AAS).

Resultados e Discussão

Todos os experimentos foram realizados utilizando cápsulas de ômega-3 disponíveis comercialmente e as leituras de Cd(II) nas soluções (fase aquosa da extração e padrão) foram realizadas injetando 200 µL por meio um sistema FIA de linha única diretamente ao sistema TS-FF-AAS. A extração de cádmio nas amostras de ômega-3 foi realizada sob condições otimizadas obtidas por meio de um planejamento fatorial completo 2⁴ e matriz de Doehlert para duas variáveis. Sob condições otimizadas a extração se dá pela formação de uma emulsão estável água-óleo obtida por agitação vigorosa de 1,0 mL de óleo com 0,5 mL da solução extratora contendo Triton X-114 (10,64%) em HNO₃ (3,5 mol L⁻¹) em um tubo de polietileno de 15 mL. A quebra da emulsão foi realizada sob aquecimento a 88 °C por aproximadamente 10 min. Considerando que todo o procedimento de otimização foi realizado com a amostra, fez-se necessário realizar a digestão ácida assistida por micro-ondas em cavidade fechada³ para checar a eficiência do processo de extração. Como se observa na tabela 1, os resultados obtidos pelo método de extração foram estatisticamente iguais ao método de

digestão ácida (teste t-Student, com nível de confiança de 95%, n=3). Além da comparação entre os métodos, também foi feito testes de adição e recuperação do analito na amostra submetida à digestão ácida. Conforme tabela 1, os resultados encontrados, considerando a concentração de cádmio naturalmente encontrada nas amostras renderam % de recuperação variando de 93,3 – 103,1 %, indicando que o procedimento por digestão ácida pode ser empregado para efeito de comparação com o método EIQE. Os teores Cd(II) obtidos são similares a óleos comestíveis comercializados em Zhu e colaboradores³.

Tabela 1. Resultados obtidos na determinação de cádmio em amostras de ômega-3 por EIQE e digestão total.

Amostra	[Cd ²⁺] (µg L ⁻¹)			% Recuperação
	EIQE	Digestão total	Adição de 5,0 µg L ⁻¹	
1	5,36±0,20	5,72±0,20	10,00±0,46*	93,3
2	4,25±0,11	4,77±0,23	9,41±0,93*	96,37
3	3,86±0,11	4,18±0,11	9,47±0,59*	103,1

*Concentração encontrada (soma da adição e concentração natural de cádmio)

Cabe salientar que duas curvas analíticas foram construídas para quantificar Cd(II), sendo uma em meio aquoso e outra na presença de ácido e surfactante, nas concentrações otimizadas. Não se observou diferenças significativas na sensibilidade entre as curvas (0,0057 L µg⁻¹ (curva em água), 0,0055 L µg⁻¹ ± 4,04x10⁻⁵ (curva em meio extrator) test t-student onde t_{calculado} = 7,00 < t_{tabelado} = 12,706), indicando que curvas analíticas feitas em meio aquoso podem ser empregadas e tampouco a presença de ácido e surfactante causa efeitos de matriz no sistema TS-FF-AAS.

Conclusões

O método proposto de extração baseado em quebra de emulsão mostrou-se adequado e viável para extração de cádmio em cápsulas de ômega-3 e pode ser uma alternativa aos procedimentos de digestão ácida aos métodos de análise direta utilizando solventes orgânicos. Também, a associação de EIQE com TS-FF-AAS pode ser considerada uma ferramenta simples e com detectabilidade satisfatória para determinação de traços de metais em amostras lipídicas.

Agradecimentos

UEL, CAPES, CNPq, INCT Bioanalítica e Fundação Araucária.

¹Rahman, M. S.; Molla, A. H.; Saha, N.; Rahman, A. Food Chemistry, 2012, 134, 1847.

²Zhu, F.; Fan, W.; Wang, X.; Qu, L.; Yao, S. Food and Chemical Toxicology, 2011, 49, 3081.

³Robaina, N. F.; Brum, D. M.; Casella, R. J. Talanta 2012, 99, 104.