

## Determinação de Elementos Traço em Anchoita (*Engraulis anchoita*): Avaliação de Diferentes Métodos de Preparo de Amostra

Augusto A. Vieira (IC)<sup>1\*</sup>, Camila de L. Knorr (PG)<sup>2</sup>, Ana L. Kalb (IC)<sup>1</sup>, Bruno M. Soares (PG)<sup>1</sup>, Valderi L. Dressler (PQ)<sup>2</sup>, Érico M. M. Flores (PQ)<sup>2</sup>, Márcia F. Mesko (PQ)<sup>3</sup>, Fábio A. Duarte (PQ)<sup>1</sup> ([augustav91@hotmail.com](mailto:augustav91@hotmail.com))

<sup>1</sup> Escola de Química e Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande, 96201-900, Rio Grande, RS, Brasil

<sup>2</sup> Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil

<sup>3</sup> Instituto de Química e Geociências, Universidade Federal de Pelotas, 96010-610, Pelotas, RS, Brasil

Palavras Chave: elementos traço, preparo de amostra, anchoita

### Introdução

Os frutos do mar, especialmente peixes, são alimentos altamente consumidos em todo o mundo e a sardinha é um dos peixes mais consumidos no Brasil. Recentemente, a anchoita (*Engraulis anchoita*) tem sido considerada como uma alternativa à sardinha para o preparo de enlatados, farinha de peixe e na merenda escolar. No entanto, a determinação de elementos traço neste tipo de peixe ainda não foi reportada na literatura. Recentemente, foi desenvolvido um sistema de combustão iniciada por microondas (MIC) em sistema fechado.<sup>1,2</sup> Este sistema apresenta algumas vantagens e, tendo em vista algumas limitações dos sistemas por via úmida, neste trabalho foi avaliada a utilização da MIC para a digestão de anchoita, visando a determinação de As, Ba, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sr e V por espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) e espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Adicionalmente, o procedimento proposto foi comparado com a digestão assistida por microondas (MAD) em sistema fechado e digestão em sistema aberto com aquecimento convencional.

### Resultados e Discussão

Para todos os procedimentos de digestão, as amostras foram previamente liofilizadas em moídas em moinho criogênico. Os procedimentos de decomposição foram feitos em forno de microondas Multiwave 3000 (Anton Paar, Áustria), equipado com 8 frascos de quartzo (80 mL, 80 bar e 280 °C). Na decomposição por MIC, foi utilizado NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> (50 µL, 6 mol L<sup>-1</sup>) como iniciador e HNO<sub>3</sub> de 1 a 14 mol L<sup>-1</sup> (6 mL) foi avaliado como solução absorvedora. A pressão de O<sub>2</sub> foi de 20 bar e o programa de irradiação foi de 5 min a 1400 W, seguido de 20 min a 0 W. As amostras foram preparadas na forma de comprimidos (400 - 500 mg) e materiais de referência certificados (CRM) DORM-2 (*Dogfish muscle*) e NIST 1566a (*Oyster tissue*), foram

utilizados para avaliar a exatidão. Comparativamente, as amostras foram submetidas a procedimentos de MAD e digestão em sistema aberto. Para a MAD, foram utilizados 400 mg de amostra e 6 mL de HNO<sub>3</sub> 14 mol L<sup>-1</sup>, com programa de irradiação de 10 min a 1000 W (com rampa de 20 min), seguido de 20 min a 0 W. Para a digestão em sistema aberto, 300 mg de amostras e 6 mL de HNO<sub>3</sub> 14 mol L<sup>-1</sup> foram aquecidos a 90 °C durante 3h. Para MIC, HNO<sub>3</sub> 7 mol L<sup>-1</sup> (com etapa adicional de refluxo) foi escolhido como solução absorvedora. Ensaios de recuperação foram feitos para todos os analitos nos procedimentos empregando MIC, MAD e digestão em sistema aberto. A recuperação foi superior a 91% para todos os procedimentos. A exatidão também foi avaliada utilizando CRMs e a concordância foi superior a 94%. Foi obtida boa linearidade (R > 0,99) para as curvas de calibração, boa precisão (RSD < 8%) e baixos limites de detecção. Os resultados obtidos por ICP-MS, de maneira geral, não diferiram significativamente (teste t, P < 0,05) daqueles obtidos por ICP OES.

### Conclusões

De maneira geral, o procedimento empregando MIC foi o mais adequado para a digestão de amostras de anchoita e determinação de elementos traço por ICP-MS e ICP OES. Entre as principais vantagens do uso da MIC, podem ser citadas o menor tempo de decomposição, o menor consumo de ácido e consequente redução na geração de resíduos, além da redução de interferências causadas pelo carbono nas determinações por ICP-MS.

### Agradecimentos

CNPq - CAPES - FAPERGS

<sup>1</sup> Flores, E. M. M.; Barin, J. S.; Paniz, J. N. G.; Medeiros, J. A. e Knapp, G. *Anal. Chem.* **2004**, *76*, 3525.

<sup>2</sup> Duarte, F. A.; Pereira, J. S. F.; Barin, J. S.; Mesko, M. F.; Dressler, V. L.; Flores, E. M. M. e Knapp, G. *J. Anal. At. Spectrom.* **2009**, *24*, 224.