

DETERMINAÇÃO DE PERÓXIDO EM LEITE EMPREGANDO "BATCH INJECTION ANALYSIS" (BIA) E ELETRODO MODIFICADO

Rodrigo H. de O. Montes (IC)*, Rodrigo A. B. da Silva (PG), Rodrigo A. A. Munoz (PQ) e Eduardo M. Richter (PQ) *rodrigo_quimica@hotmail.com

Universidade Federal de Uberlândia – Instituto de Química - Av. João Naves de Ávila, 2121. Bloco 1D.

Palavras Chave: peróxido de hidrogênio, BIA "batch injection analysis", leite.

Introdução

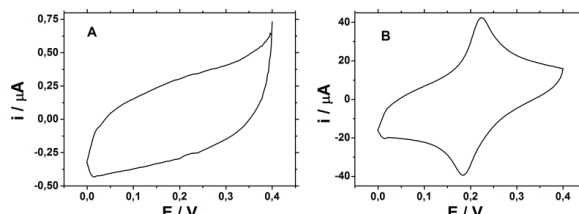
Peróxido de hidrogênio é um agente antibacteriano para o leite.¹ Logo, a adição de H₂O₂ no leite é largamente realizada, porém permitida somente em alguns países. No Brasil, esta adulteração é proibida pela ANVISA. Distintamente, o peróxido também pode ser encontrado em leite devido à lavagem ineficiente dos instrumentos (esterilizados com H₂O₂) nas cooperativas de leite.¹ Logo, o desenvolvimento de metodologias rápidas e confiáveis para a quantificação de H₂O₂ em leite é necessário. Assim, sistemas de "batch injection analysis" (BIA)² são atraentes, devido a alta velocidade, baixo consumo de amostra, baixo custo, alta reprodutibilidade e portabilidade. Neste trabalho é proposto um sistema BIA com um eletrodo compósito modificado com partículas de Azul da Prússia (AP) para a determinação de H₂O₂ em amostra de leite desnatado e integral.

Resultados e Discussão

Para as medidas eletroquímicas utilizou-se um potenciostato μ Autolab-III e software GPES 4.9.007, uma célula eletroquímica "wall jet" (BIA) e eletrodos de Ag/AgCl/KCl sat. (referência), platina (auxiliar) e compósito de grafite/Araldite[®] modificado com AP³ (pAP) ou não (Gr) ($\varnothing = 1 - 2 \mu\text{m}$) (trabalho). Para o monitoramento de H₂O₂, aplicou-se um potencial de 0,0 V no eletrodo de trabalho. Em todas as injeções, foi empregada uma pipeta automática (Eppendorf Multipipette[®] stream) com volume injetado de 100 μL e vazão: 9,2 mL min⁻¹.

Conforme observado na fig. 1, o AP no compósito (eletrodo pAP) incluiu picos de oxidação/redução no voltamograma (Fig 1B) (transição Fe(III)/Fe(II)). De acordo com a Fig. 2, observa-se uma ótima relação linear entre a concentração de H₂O₂ e corrente de redução ($R = 0,9994$) em todo o largo intervalo de concentração estudado (0,1 a 3,0 mmol L⁻¹). Além disso, a curva de calibração apresentou uma ótima sensibilidade (35,2 nA L / μmol), baixos LD (0,32 $\mu\text{mol L}^{-1}$) e LQ (1,06 $\mu\text{mol L}^{-1}$).

Felizmente, H₂O₂ não foi detectado nas amostras de leite puro analisadas. Porém, a potencialidade do método foi avaliada pelo cálculo da recuperação de amostras dopadas com H₂O₂. Conforme a tabela 1, os valores de recuperação se encontram no



intervalo entre 90 e 110%, indicando uma boa precisão do método e baixa interferência de matriz.

Figura 1. Voltamogramas cíclicos obtidos em tampão fosfato 0,05 mol L⁻¹ e KCl 0,1 mol L⁻¹ com eletrodo Gr (A) e eletrodo pAP (B).

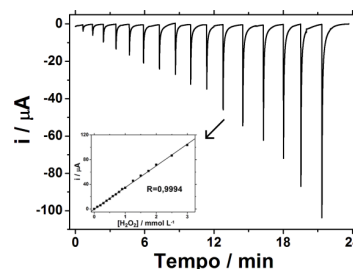


Figura 2. Amperograma obtido com eletrodo pAP para injeções de soluções de H₂O₂ 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1,0, 1,3, 1,5, 1,8, 2,0, 2,5 e 3,0 mmol L⁻¹ com a respectiva curva de calibração.

Tabela 1. Recuperações de H₂O₂ obtidas nas amostras de leite desnatada (A) e integral (B).

Amostra	[H ₂ O ₂] ad. (mg L ⁻¹)	[H ₂ O ₂] calc. (mg L ⁻¹)	Recuperação (%)
A*	0	0	--
	300	289,0	96,3
	800	735,4	91,9
B*	0	0	--
	300	301,5	100,5
	800	725,4	90,7

*Amostras injetadas (dopadas ou não) foram diluídas dez vezes.

Conclusões

O sistema BIA proposto apresentou larga faixa linear, alta sensibilidade e pequena interferência de matriz nas duas amostras de leite analisadas. Além disso, é um sistema simples, rápido e portátil.

Agradecimentos

À FAPEMIG, ao CNPq, à CAPES e ao IQ-UFU.

¹ Ping, J.; Mao, X.; Fan, K.; Li, D.; Ru, S.; Wu, J.; Ying, Y. *Ionics*. **2010**, 16, 523.

² Wang, J.; Taha, Z.; *Anal. Chem.* **1991**, 63, 1053.

³ da Silva, R. A. B.; Rabelo, A. C.; Bottecchia, O. L.; Munoz, R. A. A.; Richter, E. M. *Quim. Nova*. **2010**, 33, 1398.