

## Determinação de iodo em algas comestíveis após diferentes procedimentos de preparo das amostras

Carla de A. Hartwig<sup>1</sup>(PG)\*, Marcelo G. Crizel<sup>1</sup>(IC), Isis G. Toralles<sup>1</sup>(IC), Vanize C. Costa<sup>1</sup>(IC), Aline L. H. Müller<sup>2</sup>(PG), Érico M. M. Flores<sup>2</sup>(PQ), Márcia F. Mesko<sup>1</sup>(PQ). ([carlahartwig@yahoo.com.br](mailto:carlahartwig@yahoo.com.br))

<sup>1</sup>Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas-RS

<sup>2</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria-RS.

Palavras Chave: iodo, algas, preparo de amostra

### Introdução

O iodo é um elemento essencial para os seres humanos. Sua falta no organismo leva a distúrbios de deficiência de iodo, enquanto que o seu excesso pode resultar em problemas patológicos graves. Sabendo-se que a determinação de iodo pode ser crítica devido, principalmente, a sua volatilidade na forma de HI ou I<sub>2</sub> (gerados durante a etapa de decomposição das amostras), busca-se o desenvolvimento de métodos analíticos adequados, que possibilitem a determinação de baixas concentrações deste elemento de forma satisfatória. Neste contexto, o uso de soluções extratoras alcalinas vem sendo recomendado.<sup>1,2,3</sup>

Assim, neste trabalho, são comparadas diferentes técnicas de preparo de amostras de algas marinhas comestíveis, para posterior determinação de iodo por ICP-MS. Para tanto, foi utilizada a combustão iniciada por micro-ondas (MIC), onde os vapores são absorvidos em meio apropriado e a extração alcalina em bloco digestor utilizando diferentes soluções extratoras.

### Resultados e Discussão

A amostra de alga marinha (do tipo nori), utilizada no preparo do sushi (integrante da culinária chinesa), foi adquirida no comércio local de Pelotas/RS, e moída em moinho criogênico (Spex Certi Prep, modelo 6750, Metuchen, EUA). Posteriormente, a amostra foi seca, em estufa, a 60 °C por 4 h e submetida a diferentes procedimentos de preparo de amostra. O primeiro procedimento foi a combustão iniciada por micro-ondas Multiwave 300 (Anton Paar, Áustria), equipado com 8 frascos de quartzo (80 ml, 80 bar e 280 °C), utilizando NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> (50 µl, 6 mol l<sup>-1</sup>), como iniciador de combustão, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 50 mmol l<sup>-1</sup> (6 ml), como solução absorvedora e uma pressão de O<sub>2</sub> de 20 bar. Nesse procedimento foi programado 5 min. de irradiação a 1400 W, seguido de 20 min de resfriamento. A amostra foi preparada na forma de comprimidos (300 mg) e o material de referência certificado (CRM) BCR 150 (*Skim Milk Powder*) foi utilizado para a avaliar a exatidão. O segundo procedimento foi a extração em bloco digestor (Marconi MA 4025), equipado com controlador digital de temperatura e frascos de vidro (50 ml), utilizando 400 mg de amostra, e avaliando a utilização das soluções extratoras (8 ml) de HTMA 0,11 mol l<sup>-1</sup> e de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 50 mmol l<sup>-1</sup>, com

aquecimento a 90 °C por 3 h e 30 min. Por último, foi realizada a determinação da concentração de iodo em um espectrômetro de massas com plasma indutivamente acoplado - ICP-MS (ELAN DRC II, PerkinElmer Sciex, Canadá). Os resultados obtidos para os diferentes procedimentos estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Determinação de iodo por ICP-MS em algas.

Amostra	Concentração de iodo (ug g <sup>-1</sup> )		
	MIC	Extração HTMA	Extração (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
BRC 150*	1,24 ± 0,04	nd	nd
Amostra de alga marinha	63,90 ± 4,71	40,08 ± 5,12	22,43 ± 3,42

\*Valor certificado para iodo BCR 150 = 1,29±0,09 µg g<sup>-1</sup>  
nd = não determinado

O valor encontrado no CRM analisado foi concordante em 96% com o certificado, no procedimento de decomposição por MIC, o que torna os resultados obtidos por esta técnica confiáveis para a amostra de alga marinha. A partir disso, pode-se considerar a extração com (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ineficiente, pois, apresentou uma recuperação em torno de 35% de iodo. Contudo, na extração com HTMA, verificou-se uma melhor recuperação da concentração de iodo (63%), porém ainda insatisfatória se comparada com o procedimento por MIC.

### Conclusões

O procedimento por MIC foi apropriado para a determinação de iodo em algas marinhas por ICP-MS. O procedimento permite a decomposição simultânea de até 8 amostras em 25 min, o que é uma grande vantagem comparado aos demais procedimentos avaliados. Além disso, o procedimento proposto possibilita a escolha da solução absorvedora apropriada ao analito, bem como a técnica de detecção.

### Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq e LAQIA/UFSM.

<sup>1</sup>Knapp, G. et al.. *Fresenius J. Anal. Chem.* **1998**, 362, 508.

<sup>2</sup> Mesko, M. F. et al.. *Anal Bioanal Chem.* **2010**, 398, 1125.

<sup>3</sup>G. Rädlinger, K.G. Heumann, *Anal. Chem.* **1998**, 70, 2221.