

Determinação de bromofenóis em organismos marinhos usando microextração com simples gota (SDME) e GC-MS.

Joelma P. dos S. Sobrinho^{1,2} (PG), Rafael Dourado P. Fontes¹ (PG); Eliane T. Sousa^{1,2} (PG), Wilson Araújo Lopes^{1,2} (PQ); Jailson B. de Andrade^{1,2} (PQ) *rafaelfontes87@yahoo.com.br

¹ Instituto de Química – Universidade Federal da Bahia (UFBA), 40170-115, SSA, BA, Brasil.

² Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Energia e Ambiente (INCT E&A) – UFBA, 40170-115, SSA, BA, Brasil.

Palavras Chave: microextração, bromofenóis, SDME, GC-MS.

Introdução

Os bromofenóis simples (2-bromofenol, 4-bromofenol, 2,4-dibromofenol, 2,6-dibromofenol e 2,4,6-tribromofenol) são substâncias naturais do ambiente marinho e têm sido identificados como as principais substâncias responsáveis pelo *flavor* dos alimentos marinhos¹. A técnica convencionalmente empregada para extração dos bromofenóis em músculo de peixes e outros organismos marinhos é a destilação-extração simultânea (DES) que combina simultaneamente duas técnicas clássicas, a destilação por arraste a vapor e a extração líquido-líquido utilizando um extrator de Likens-Nickerson. Porém, a necessidade de reduzir tanto o tempo quanto o volume de solvente orgânico tem conduzido ao desenvolvimento de novas técnicas de extração².

O objetivo deste trabalho foi a otimização de uma metodologia analítica para extração de bromofenóis simples (BF) utilizando SDME (microextração com simples gota) seguido da determinação por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS).

Resultados e Discussão

A SDME foi utilizada com método de preconcentração dos bromofenóis extraídos dos músculos de peixes e do abdômen de camarão. Aproximadamente 3,0 g de músculos de peixes ou abdômen do camarão foram colocados em um tubo de centrífuga ao qual se acrescentou 5 mL de água deionizada. Essa mistura foi acidificada a pH = 1 e colocada em ultrassom por 30 minutos. Em seguida o conteúdo do tubo foi centrifugado por 5 minutos. O sobrenadante foi recolhido e os bromofenóis foram extraídos com uma gota de 1 µL de tolueno. As melhores condições para extração dos bromofenóis com gota de tolueno foram estudadas através de planejamento fatorial com dois níveis e três fatores (2³) e com 2 réplicas do ponto central. Os fatores estudados foram tempo de extração, tipo de solvente e velocidade de agitação. Os resultados mostraram que as condições que favorecem uma melhor extração são: tempo de extração de 10

minutos, velocidade de agitação baixa e tolueno como solvente.

A Tabela 1 apresenta os parâmetros de validação do método desenvolvido.

Tabela 1. Parâmetros de validação do método.

BF	R ²	LD (µg.L ⁻¹)	LQ (µg.L ⁻¹)	Rec (%)	CV (%)
2-BF	0,9952	0,23	0,40	63,6	5,91
4-BF	0,9966	0,50	1,50	67,8	10,5
2,4-DBF	0,9944	0,22	0,40	50,7	7,55
2,6-DBF	0,9957	0,17	0,40	74,0	7,80
2,4,6-TBF	0,9947	0,30	0,40	96,3	4,96

A Tabela 2 apresenta as concentrações (ng.g⁻¹) dos bromofenóis em músculos de três espécies de peixes do litoral da Bahia e no abdômen de uma espécie de camarão (*Lithopenaeus schimitti*).

Tabela 2. Concentração dos bromofenóis em alguns organismos marinhos (n=3).

Espécies	2-BF	4-BF	2,4-DBF	2,6-DBF	2,4,6-TBF
Badejo	<LQ	0,478	nd	0,361	3,904
Xaréu	<LQ	0,688	nd	0,518	6,625
Sardinha	<LQ	nd	nd	0,725	5,461
Camarão	<LQ	nd	0,772	0,972	5,019

nd=não detectado; <LQ = abaixo do limite de quantificação.

Conclusões

Os resultados mostraram que a SDME / GC-MS é um método eficiente na extração e determinação de bromofenóis em organismos marinhos, podendo ser utilizado como técnica alternativa à destilação-extração simultânea, com a grande vantagem de reduzir drasticamente a quantidade de solvente em concordância com os preceitos da química verde. Além disso, a técnica de SDME permite a redução do tempo de análise e possibilita a utilização de menores quantidades de amostra.

Agradecimentos

CNPq, FAPESB, FINEP, CAPES, INCT E&A.

¹Silva, V. M. da; Lopes, W. A., de Andrade, J. B.; Veloso, M. C. da C.; Oliveira, A. S. e Santos, G. V. *Quim. Nova* **2007**, 30, 629.

²Pinheiro, A. de S.; Rocha, G. O. da e de Andrade, J. B. *Microchem J.* **2011**, 99, 303.