

Avaliação de Diferentes Métodos de Preparo de Amostra para a Subsequente Determinação de Cloro em Algas Comestíveis

Natanael R. X. Pires¹(IC)*, Lizângela R. Ferreira¹(PG), Vanize C. Costa¹(IC), Letícia Pereira² (PG)
Liange O. Diehl²(PG), Érico M. M. Flores²(PQ), Márcia F. Mesko¹(PQ) (natanael.pires@yahoo.com.br)

¹Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas-RS

²Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria-RS

Palavras Chave: algas, cloro, preparo de amostras

Introdução

Algas marinhas comestíveis, como por exemplo, *Porphyra* spp. (nome comercial Nori) são ricas em proteínas, vitaminas B e C, além de outros nutrientes.¹ O cloro é considerado um elemento essencial, e sob a forma de ânion consiste no principal regulador de fluido extracelular.² Como as algas possuem uma matriz complexa, geralmente, são necessárias condições drásticas de preparo de amostras para a posterior determinação de elementos-traço. No entanto, o pré-tratamento da amostra baseado no uso de ácidos, comumente usado para a posterior determinação de vários elementos, pode levar a perda de espécies voláteis, como, por exemplo, o cloro.³

Assim o presente trabalho, tem por objetivo comparar diferentes métodos de preparo de amostras de algas marinhas comestíveis, tais como a extração convencional em meio aquoso e alcalino e a combustão iniciada por micro-ondas (MIC), para a posterior determinação de Cl, por volumetria de precipitação (Mohr) e cromatografia de íons (IC).

Resultados e Discussão

A amostra de alga marinha do tipo nori, utilizada no preparo de sushi, foi moída (Quimis - Q298A), seca em estufa, por 4 h a 60 °C, e submetida a diferentes procedimentos de preparo de amostra. Para o método de extração com aquecimento convencional foi pesada cerca de 500 mg de amostra e levado a extração com 80 ml de água Milli-Q[®] a 80 °C em chapa de aquecimento, com agitação por 10 min. Após, a mistura foi filtrada e avolumada a 100 ml. O mesmo procedimento foi realizado utilizando como solução extratora NH₄OH (10 mmol l⁻¹). Outro método utilizado foi a MIC, na qual a amostra foi preparada na forma de comprimidos (500 mg), e levada à decomposição em um forno de micro-ondas Multiwave 3000[®] (Anton Paar, Áustria), equipado com 8 frascos de quartzo (80 ml, 80 bar e 280 °C), utilizando NH₄NO₃ (50 µl, 6 mol l⁻¹) como iniciador de combustão e 6 ml de NH₄OH (50 mmol l⁻¹) como solução absorvedora. A pressão de O₂ foi de 20 bar, e a programação foi de 5 min de irradiação a 1400 W, e 20 min de resfriamento. Para avaliar a exatidão do método o material de referência certificado (CRM) NIST 1547 (*Peach*

Leaves) foi submetido às mesmas condições da amostra e também foram realizados ensaios de recuperação. Para a determinação de Cl por volumetria, uma alíquota de 10 ml do filtrado teve seu pH ajustado entre 8,0 e 9,0, sendo submetida à titulação com AgNO₃ (0,01 mol l⁻¹), em presença de K₂CrO₄ 5% (m/v). Ainda, Cl foi determinado por IC (Professional IC 850, Metrohm). Os resultados obtidos por IC estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Determinação de Cl por IC, após diferentes procedimentos de preparo de amostras.

	Concentração de Cl (µg g ⁻¹), n = 3		
	Extração em água	Extração alcalina	MIC
Alga	5095,3 ± 611,2	4747,5 ± 593,5	5329,2 ± 47,1
*NIST 1547	nd	nd	345,26 ± 2

* Valor certificado para cloro NIST 1547 = 360 ± 19 µg g⁻¹
nd = não determinado

O valor determinado para Cl no CRM analisado, após decomposição por MIC foi concordante acima de 95 % com o valor certificado. O valor obtido na extração em água para Cl foi concordante com o obtido por MIC em mais de 95 % e para a extração alcalina foi em torno de 90%, o que comprova que a extração em água é eficiente para Cl. Além disso, é importante destacar que os resultados obtidos por Mohr, foram concordantes com os determinados por IC, demonstrando a aplicabilidade dos métodos de preparo de amostras avaliados. Contudo, quando a MIC é utilizada o RSD é sempre inferior a 1%.

Conclusões

Embora a extração com água quente possa ser utilizada para a extração de Cl em amostras de alga, a MIC foi adequada para a decomposição de amostra apresentando baixos teores de carbono residual, menores RSDs e menor risco de contaminação.

Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq, LAQIA/UFSM e UFPel.

¹Llorente-Mirandes, T., et al. *Agric. Food. Chem.* **2011**, *59*, 12963.

²Desideri, D., et al. *Microchem. J.* **2010**, *95*, 174.

³Romaris-Hortas, V., et al. *Talanta* **2009**, *79*, 947.