

APLICAÇÃO DA COMBUSTÃO INICIADA POR MICRO-ONDAS PARA A DETERMINAÇÃO DE I EM CAMARÃO POR ICP-MS

TORALLES, Isis Gonçalves; HARTWIG, Carla de Andrade; COSTA, Vanize Caldeira; CRIZEL, Marcelo Guerreiro; SCHMIDT, Janaína Borges Cardoso; MESKO, Márcia Foster

*Laboratório de Controle de Contaminantes em Biomateriais, Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas.
isistoralles@yahoo.com.br; marcia.mesko@pq.cnpq.br

1 INTRODUÇÃO

A pesca do camarão é uma importante atividade econômica do estuário da Lagoa dos Patos, principalmente nas regiões dos municípios de Pelotas e Rio Grande. Atualmente, sabe-se que na Colônia Z-3 (Pelotas), mais de 900 famílias dependem exclusivamente da prática pesqueira e/ou outras atividades da região para geração de renda (ANJOS; NIEDERLE; CALDAS, 2004). Além disso, o pescado é, geralmente, a base da alimentação destas populações presentes em regiões costeiras e de baixa renda. Cabe destacar que a espécie de camarão *Litopenaeus vannamei* representa 95% das espécies em cultivo no Brasil, devido principalmente a sua elevada taxa de crescimento, boa conversão alimentar e fácil adaptação a diferentes condições climáticas (CASTRO; PAGANI, 2004).

Os produtos de origem marinha, como o camarão, são considerados alimentos de grande importância na dieta alimentar humana, devido seu alto teor nutricional (SRIKET et al., 2007). Desta forma, é de suma importância monitorar a quantidade de iodo (I) nestes alimentos, visto que são reconhecidamente fontes naturais deste elemento, que pode ser considerado essencial para o crescimento e desenvolvimento do corpo humano. A deficiência de iodo no organismo pode ocasionar distúrbios nutricionais, enquanto que o excesso deste elemento pode levar ao desequilíbrio da tireóide (WHO, 1996).

Dentre as várias técnicas analíticas disponíveis para determinação de I, tais como espectrofotometria na região do ultravioleta e visível (UV/Vis), voltametria, análise por ativação neutrônica (NAA), espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), entre outras, a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), merece destaque por apresentar vantagens como a sua elevada sensibilidade, seletividade e rapidez de análise (KNAPP et al., 1998; VANHOE et al., 1993; GÉLINAS et al., 1998). Entretanto, de uma forma geral, quando se pretende determinar iodo a etapa de decomposição da amostra é bastante decisiva, principalmente, em função da possibilidade de perdas do analito por volatilização. Assim, a etapa de preparo de amostras visando a determinação de iodo, devem priorizar métodos que solucionem estes problemas, como por exemplo, pela utilização de soluções alcalinas, ou procedimentos de combustão das amostras em sistemas fechados (KNAPP et al., 1998; MESKO et al., 2006).

Portanto, tendo em vista o significativo consumo de camarões na região de Pelotas, e a pouca informação existente sobre a concentração de iodo nestes crustáceos, este trabalho tem o objetivo de determinar iodo por ICP-MS em amostras de camarão com e sem casca, após preparo da amostra pelo método de combustão iniciada por micro-ondas (MIC).

2 MATERIAL E MÉTODOS

As amostras de camarão (*Litopenaeus vannamei*) utilizadas neste trabalho foram obtidas no comércio local. Foram denominados como camarões com casca os camarões comercializados inteiros; e, como camarões sem casca aqueles, onde casca, cabeça e patas foram removidos. Os dois tipos de amostra foram lavados com água purificada, triturados em processador doméstico, secos em estufa a 85 °C por 24 h, segundo procedimento descrito por Eckhoff e Maage (1997) e cominuídas em moinho criogênico (Spex Certi Prep®, modelo 6750, Metuchen, EUA) até tamanho de partícula inferior a 120 µm.

2.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DAS AMOSTRAS

O teor de umidade e cinzas das amostras de camarão com e sem casca, foram determinados pelos métodos da AOAC (1999 e 2011, respectivamente).

O peso médio das amostras de camarão e a relação massa corpórea/cabeça/casca e patas foram obtidos a partir da média da pesagem, aleatória, de 20 amostras individuais de camarões inteiros, seguida da pesagem da cabeça, casca e patas, e massa corpórea referente a cada um destes crustáceos, segundo adaptações de determinações de peso médio descritas pelo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008).

2.2 PROCEDIMENTO DE DECOMPOSIÇÃO POR MIC

Para a decomposição, as amostras foram prensadas na forma de comprimidos com massa de 500 mg, os quais foram posicionados na base de um suporte de quartzo contendo um disco de papel filtro umedecido com 50 µl de NH₄NO₃ 6 mol l⁻¹ (solução iniciadora de combustão). O suporte foi posicionado dentro de um tubo de quartzo com capacidade de 80 ml, contendo 6 ml de NH₄OH 50 mmol l⁻¹ (solução absorvedora). O conjunto foi levado ao rotor de um forno micro-ondas (Multiwave 3000®, Anton Paar, Áustria), pressurizado com 20 bar de O₂, e, subsequentemente, submetido a irradiação de 1400 W por 5 min (pressão e temperatura máxima de 80 bar e 280 °C, respectivamente), seguido de 20 min de resfriamento (MESKO et al., 2006).

A determinação de iodo foi feita através da técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS, ELAN DRC II, PerkinElmer Sciex, Canadá).

Para verificar a exatidão do método proposto, foi utilizado o material de referência certificado (CRM) de músculo bovino (NIST 8414, *Bovine Muscle*).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados encontrados na determinação do peso médio dos camarões, e a relação massa corpórea/cabeça/casca e patas, mostraram que os crustáceos submetidos às análises têm massa média de 6,4 ± 2,4 g, sendo que a massa corpórea representa 53,1 ± 1,8%, a cabeça representa 33,1 ± 2,5%, enquanto que casca e patas são responsáveis por 13,8 ± 1,9% da massa total. O desvio obtido na massa média dos camarões representa a pesagem de camarões de tamanhos variados.

Na Tab. 1 estão apresentados os resultados obtidos para a determinação de iodo por ICP-MS nas amostras de camarão com casca, sem casca e no CRM (NIST 8414), decompostas por MIC. Ainda, estão apresentados os teores de umidade e cinzas determinados nas amostras.

Tabela 1 – Determinação de I por ICP-MS, após decomposição por MIC e teores de umidade e cinzas (n=3).

Amostra	Concentração de iodo ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Umidade (%)	Cinzas (%)
Camarão com casca	$11,3 \pm 1,0$	$80,5 \pm 0,5$	$3,3 \pm 0,4$
Camarão sem casca	$0,28 \pm 0,01$	$80,9 \pm 0,1$	$1,1 \pm 0,1$
NIST 8414	$0,041 \pm 0,003$	-	-

Valor certificado para I: $0,035 \pm 0,012 \mu\text{g g}^{-1}$.

Os teores de umidade obtidos para o camarão com e sem casca não apresentam variação significativa, o que indica que o maior percentual de umidade encontra-se na massa corpórea. Além disso, os valores encontrados são coerentes com os dados da literatura, que citam uma variação de 70 a 85% de umidade (SRIKET et al., 2007).

O teor de cinzas determinado para as amostras de camarão sem casca foi similar aos valores reportados por Sriket et al. (2007) para amostras de camarão das espécies *Penaeus monodon* e *Penaeus vannamei*. Para as amostras de camarão com casca, o teor de cinzas obtido foi duas vezes superior ao encontrado para as amostras de camarão sem casca, o que pode ser devido à presença de materiais inorgânicos nos resíduos de casca e cabeça (ASSIS; STAMFORD; STAMFORD, 2008).

Com relação às determinações de iodo, é possível perceber que a concentração de iodo no camarão com casca foi superior (cerca de 40 vezes) àquela obtida a partir das amostras de camarão sem casca. Estes resultados tiveram sua exatidão assegurada pela concordância com o CRM analisado, decomposto e determinado nas mesmas condições das amostras.

4 CONCLUSÕES

Com o desenvolvimento deste trabalho foi possível comprovar a presença de iodo, mesmo que em baixas concentrações, na espécie de camarão estudada, verificando que os maiores teores do analito foram encontrados em camarões inteiros, o que permite relacionar as maiores concentrações do analito com a presença das frações de casca, cabeça e patas. Além disso, a técnica de ICP-MS foi adequada para a determinação de iodo em baixas concentrações nas amostras de camarão, após decomposição por MIC.

5 AGRADECIMENTOS

FAPERGS, CNPq e CAPES.

6 REFERÊNCIAS

- ASSIS, A. S.; STAMFORD, T. C. M.; STAMFORD, T. L. M. Bioconversão de resíduos de camarão *litopenaeus vannamei* (Booner, 1931) para produção de biofilme de quitosana, **Revista Iberoamericana de Polímeros**, Vasco, v.9, n.5, p.480-499, 2008.
- ANJOS, F. S.; NIEDERLE, P. A.; CALDAS, N. V. Pluratividade e Pesca Artesanal: o caso da Colônia Z-3 em Pelotas, RS. **Sociedade em Debate**, Pelotas, v.10, n.3, p.9-42, 2004.
- BHAGAT, P. R.; ACHARYA, R.; NAIR, A. G. C.; PANDEY, A. K.; RAJURKAR, N. S.; REDDY, A. V. R. Estimation of iodine in food, food products and salt using ENAA. **Food Chemistry**, Reino Unido, v.115, nº 2, p. 706-710, 2009.
- CASTRO, A. A.; PAGANI, G. D. Secagem e composição química da cabeça de camarão (*Litopenaeus vannamei* Boone) a diferentes temperaturas, **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campinas Grande, v.6, n.2, p.123-129, 2004.
- CRESSEY, P. J. Iodine content of New Zealand dairy products. **Journal of Food Composition and Analysis**, França, v.16, p.25-36, 2003.
- CUNNIFF, P. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. Gaithersburg: AOAC International, 1999.
- ECKHOFF, K. M.; MAAGE, A. Iodine content in fish and other food products from east Africa analyzed by ICP-MS. **Journal of Food Composition and Analysis**, França, v.10, p.270-282, 1997.
- GÉLINAS, Y.; KRUSHEVSKA, A.; BARNES, R. M. Determination of total iodine in nutritional and biological samples by ICP-MS following their combustion within an oxygen stream. **Analytical Chemistry**, Chicago, v.70, n. 5, p. 1021-1025, 1998.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos**. São Paulo: 2008.
- KNAPP, G.; MAICHIN, B.; FECHER, P.; HASSE, S.; SCHRAMEL, P. Iodine determination in biological materials - options for sample preparation and final determination. **Fresenius Journal of Analytical Chemistry**, Áustria, v.362, p.508-513, 1998.
- MESKO, M. F.; MORAES, D. P.; BARIN, J. S.; DRESSLER, V. L.; KNAPP, G.; FLORES, E. M. M. Digestion of biological materials using the microwave-assisted sample combustion technique. **Microchemical Journal**, Netherlands, v. 82, n. 2, p. 183-88, 2006.
- SRIKET, P.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W.; KIJOONGROJANA, K. Comparative studies on chemical composition and thermal properties of black tiger shrimp (*Penaeus monodon*) and white shrimp (*Penaeus vannamei*) meats. **Food Chemistry**, Reino Unido, v. 103, n.4, p. 1199-1207, 2007.
- VANHOE, H.; ALLEMEERSCH, F.; VERSIECK, J.; DAMS, R. Effect of solvent type on the determination of total iodine in milk powder and human serum by inductively coupled plasma mass spectrometry, **Analyst**, Bélgica, v. 118, p. 1015-1019, 1993.
- WORWITZ, W. LATIMER, G. W. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. Gaithersburg: AOAC International, 2011.
- WHO: WORLD HEALTH ORGANIZATION, **Trace elements in human nutrition and health**. Geneva: 1996.