

## AVALIAÇÃO DE PROCEDIMENTOS DE PREPARO DE AMOSTRAS DE LEITE EM PÓ PARA A SUBSEQÜENTE DETERMINAÇÃO DE IODO POR ICP-MS

**SOUZA, Alexander Ossanes<sup>1</sup>, TORALLES, Isis Gonçalves<sup>1</sup>, ROXO, Maicon Areze<sup>1</sup>, MACIEL, Juliana Villela<sup>1</sup>, HARTWIG, Carla de Andrade<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Aluno de iniciação científica UFPEL, <sup>2</sup>Aluna de pós-graduação do IQG - UFPEL  
[alexander.souza@hotmail.com](mailto:alexander.souza@hotmail.com)

**MESKO, Márcia Foster<sup>3</sup>**

<sup>3</sup>Professora do Departamento de Química Analítica IQG-UFPEL

### 1 INTRODUÇÃO

A determinação de iodo em alimentos é de grande importância visto que é um dos elementos-traço essenciais, presente em processos metabólicos em humanos e animais. A presença de iodo em alimentos é considerada essencial à dieta humana, podendo ser encontrado naturalmente ou, até mesmo, adicionado como suplemento. Além disso, compostos de iodo são algumas vezes usados como desinfetantes, podendo ser encontrados posteriormente nos alimentos industrializados. A deficiência de iodo nos seres humanos pode levar ao mau funcionamento do organismo, em especial à doença do bócio e seu excesso pode levar ao desequilíbrio da tireóide (KNAPP *et al.*, 1998; VANHOE, *et al.*, 1993; GÉLINAS, *et al.*, 1998).

Várias técnicas analíticas podem ser utilizadas na determinação de iodo, como, por exemplo, a espectrofotometria no ultravioleta e visível, a voltametria, a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), a espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), a análise por ativação neutrônica (NAA), a cromatografia de íons (IC) e a espectrometria de fluorescência de raios-X (XRF) (KNAPP *et al.*, 1998; VANHOE, *et al.*, 1993; GÉLINAS, *et al.*, 1998; VARGA, 2007). Entretanto, a etapa de decomposição das amostras é a mais crítica, devido, principalmente, a sua volatilidade na forma de HI ou I<sub>2</sub>. Para evitar este tipo de perda, procedimentos baseados na extração com soluções alcalinas têm sido sugeridos, bem como técnicas baseadas na combustão da amostra (KNAPP *et al.*, 1998; VANHOE, *et al.*, 1993; GÉLINAS, *et al.*, 1998).

Desta forma, tendo em vista a grande relevância da determinação de iodo em alimentos, o presente trabalho visa à avaliação de diferentes formas de preparo de amostras de leite em pó para a análise de iodo, considerando a volatilidade deste elemento, e a facilidade com que ocorrem perdas nesta etapa da análise.

### 2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

De acordo com a revisão da literatura (KNAPP, *et al.*, 1998; FECHER, *et al.*, 1998; RÄDLINGER e HEUMANN, 1998), foram avaliados alguns procedimentos de decomposição de amostras em meio ácido e extração em meio alcalino, visando a subsequente determinação de iodo em amostras de leite em pó, o que motivou a escolha dos procedimentos estudados.

Como o objetivo do trabalho foi analisar as técnicas de preparo de amostra, a fim de verificar a ocorrência de perdas do analito, usou-se um material de referência certificado de leite em pó desnatado (BCR 150). Além disso, foi feita a determinação de iodo em amostras de leite em pó adquirida no comércio local.

Os procedimentos de decomposição por via úmida, e extração com hidróxido de tetrametilamônio (HTMA), assistidos por radiação micro-ondas, foram feitos em forno de micro-ondas Multiwave 3000<sup>®</sup> (Anton Paar, Áustria, equipado com 8 frascos de quartzo, 80 mL, 80 bar e 280 °C), e os procedimentos de extração convencional foram feitos em bloco digestor (Tecnal, Piracicaba, Brasil), equipado com controlador digital de temperatura (TE007D) e com frascos de politetrafluoretileno (PTFE) com volume de 50 mL. Para a decomposição por via úmida, foram utilizados 250 mg de amostra, 6 mL de HNO<sub>3</sub> 14 mol L<sup>-1</sup> e 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% m/v). Na extração alcalina assistida por micro-ondas, utilizou-se 200 mg de amostra e 6 mL de solução de HTMA 0,11 mol L<sup>-1</sup>, mantendo-se o aquecimento por 20 min. Na extração convencional, a massa foi de 200 mg e a solução extratora foi 6 mL HTMA (0,11 e 1,7 mol L<sup>-1</sup>) com aquecimento por 3 h. Nas extrações utilizando a solução de HTMA a temperatura foi mantida em 90 °C para garantir que a solução não seja degradada. Após a etapa de extração com HTMA, as amostras foram centrifugadas previamente à etapa de determinação.

A determinação de iodo foi feita utilizando-se a técnica de espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS, ELAN DCR II, PerkinElmer Sciex, Canadá). Estas análises foram feitas na Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), tendo em vista a não disponibilidade deste equipamento no nosso grupo de pesquisa na UFPEL.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos para a determinação de iodo no MRC BCR 150, utilizando os diferentes procedimentos, estão mostrados na Tabela.

**Tabela.** Resultados para a determinação de iodo por ICP-MS em leite em pó após diferentes procedimentos de preparo da amostra (n=4).

Amostra	Concentração de iodo ( $\mu\text{g g}^{-1}$ )			
	Via úmida assistida com micro-ondas (HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	Extração alcalina assistida com micro-ondas HTMA 0,11 mol L <sup>-1</sup>	Extração convencional com HTMA 1,7 mol L <sup>-1</sup>	Extração convencional com HTMA 0,11 mol L <sup>-1</sup>
BCR 150*	0,91±0,12	1,33 ± 0,11	1,57±0,25	1,26 ± 0,15
Leite em pó	nd	2,71 ± 0,24	nd	2,61 ± 0,31

\*Valor certificado para iodo BCR 150 = 1,29±0,09  $\mu\text{g g}^{-1}$   
nd = não determinado

Como pode ser observado na Tabela 1, os resultados obtidos para a determinação de iodo, no CRM BCR 150, por ICP-MS utilizando o procedimento de decomposição em meio ácido, bem como com o procedimento de extração com

aquecimento convencional utilizando HTMA  $1,7 \text{ mol L}^{-1}$ , não foram concordantes com o valor certificado. No caso da decomposição em meio ácido, foi observado que ocorreram erros na determinação, provavelmente devido a perdas das espécies voláteis formadas nesta etapa e no caso da extração em meio alcalino, com HTMA  $1,7 \text{ mol L}^{-1}$ , os valores foram superestimados provavelmente por problemas de efeito de memória durante a determinação pela técnica de ICP-MS. Contudo, quando esta solução de HTMA foi utilizada em uma concentração mais baixa ( $0,11 \text{ mol L}^{-1}$ ) foram obtidas concordâncias com o valor certificado superiores a 97% no procedimento de extração assistida por micro-ondas, assim como para o procedimento de extração convencional. Os limites de detecção (LD) obtidos para a técnica de ICP-MS usando os procedimentos de extração alcalina assistida por micro-ondas e convencional foram de  $7,5$  e  $9,0 \text{ ng.g}^{-1}$ , respectivamente.

Desta forma, pode ser observado que os procedimentos de extração com HTMA  $0,11 \text{ mol L}^{-1}$ , tanto convencional quanto assistida por micro-ondas, se mostraram mais apropriados para a extração de iodo em leite em pó por ICP-MS. Assim, após a validação do procedimento proposto, foi feita a determinação da concentração de iodo em amostras de leite em pó adquiridas no comércio local e os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 01.

#### 4 CONCLUSÕES

Através dos procedimentos de extração com HTMA  $0,11 \text{ mol L}^{-1}$ , de forma convencional ou assistida por micro-ondas, e determinação por ICP-MS foi possível determinar iodo em amostras de leite em pó. Devido aos bons resultados obtidos nos dois procedimentos utilizando HTMA  $0,11 \text{ mol L}^{-1}$ , conclui-se que ambos podem ser utilizados para preparar as amostras para a subsequente determinação de iodo por ICP-MS. Contudo, o fator tempo pode ser bastante relevante, pois a etapa de aquecimento no procedimento de extração convencional é de 3 h, enquanto que no procedimento de extração assistida por micro-ondas é de apenas 20 min.

#### 5 AGRADECIMENTOS

Os autores são gratos a FAPERGS e CNPq pelas bolsas de iniciação científica e pelo apoio financeiro, aos pesquisadores do Laboratório de Espectrometria Atômica da UFSM pelas análises por ICP-MS e a Pró-reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação UFPel.

#### 6 REFERÊNCIAS

Fecher, P. A.; Goldmann, I.; Nagengast, A. Determination of iodine in food samples by inductively coupled plasma mass spectrometry after alkaline extraction, **J. Anal. At. Spectrom.** 13, 977-982 (1998).

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, **Anal. Chem.** 70, 1021-1025 (1998).

Knapp, G.; Maichin, B.; Fecher, P.; Hasse, S.; Schramel, P.; Iodine determination in biological materials - options for sample preparation and final determination, **Fresenius J. Anal. Chem.** 362, 508-513 (1998).

Rädlinger, G.; Heumann, K. G. Iodine Determination in Food Samples Using Inductively Coupled Plasma Isotope Dilution Mass Spectrometry, **Anal. Chem.** 70, 2221-2224 (1998).

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** 118, 1015-1019 (1993).

Varga, I.; Iodine determination in dietary supplement products by TXRF and ICP-AES spectrometry, **Microchem. J.** 85, 127-131 (2007).