



## **CARACTERIZAÇÃO DE ALGAS COMESTÍVEIS E SUPORTES SÓLIDOS EMPREGADOS NA DISPERSÃO DA MATRIZ EM FASE SÓLIDA ASSISTIDA POR VÓRTEX (VA-MSPD)**

PALOMA KONZGEN MACIEL<sup>1</sup>; MAIARA HELENA DE MELO MALINOWSKI<sup>2</sup>;  
ANA CLÁUDIA BEDUHN LUCKOW<sup>3</sup>; SERGIANE SOUZA CALDAS<sup>4</sup>; EDINEI  
GILBERTO PRIMEL<sup>5</sup>; BRUNO MEIRA SOARES<sup>6</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Rio Grande – [palomakonzgen@hotmail.com](mailto:palomakonzgen@hotmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal do Rio Grande – [maiara.mmalinowski@gmail.com](mailto:maiara.mmalinowski@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal do Rio Grande – [anaclaudialuckow@yahoo.com.br](mailto:anaclaudialuckow@yahoo.com.br)

<sup>4</sup>Universidade Federal do Rio Grande – [sergianecaldas@furg.br](mailto:sergianecaldas@furg.br)

<sup>5</sup>Universidade Federal do Rio Grande – [eprimelfurg@gmail.com](mailto:eprimelfurg@gmail.com)

<sup>6</sup>Universidade Federal do Rio Grande – [bm\\_soares@hotmail.com](mailto:bm_soares@hotmail.com)

### **1. INTRODUÇÃO**

As algas são fontes alimentares amplamente consumidas e o seu consumo traz benefícios para a saúde, devido ao baixo conteúdo calórico, além de serem ricas em fibras, vitaminas e minerais (YEH, T. S., et al, 2014). Entre os elementos essenciais, estão o F, Cl e I e o conhecimento das concentrações desses elementos é extremamente relevante (MESKO, M. F., et al, 2014). Nesse contexto, para determinar a concentração dos halogênios em algas, torna-se necessário o desenvolvimento de métodos de preparo de amostras, a fim de transformá-las na forma adequada para serem introduzidas no instrumento analítico (OLIVEIRA, E., 2003). Preferencialmente, busca-se o desenvolvimento de métodos simples, que necessitem de instrumentação mais barata, minimizando etapas, utilizando materiais oriundos de fonte renováveis e um menor consumo de reagentes, atendendo os princípios da Química Analítica Verde (FRENZEL, W., MICHALSKI, R., 2016). A dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) baseia-se na maceração da amostra na presença de um suporte sólido de característica abrasiva. Em seguida, é feita a eluição da mistura que é empacotada em cartuchos ou em seringa. Entre os suportes sólidos, costumam ser utilizados SiO<sub>2</sub>, C18, alumina, florissil, terra diatomácea, entre outros. Recentemente, suportes sólidos alternativos como areia, concha de mexilhão, quitosana e quitina têm sido investigados como suportes sólidos verdes (CAPRIOTTI, A. L., et al, 2013). Como a MSPD é influenciada pela maceração e pela ação dos suportes sólidos na quebra da estrutura física da matriz, é importante que as amostras e os suportes sejam caracterizados para conhecer a sua composição e topografia. Portanto, o objetivo desse trabalho foi realizar a caracterização (determinação do teor de cinzas e análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)) das amostras de algas comestíveis e dos suportes sólidos empregados na determinação de halogênios por cromatografia de íons (IC), após extração por VA-MSPD.

## 2. METODOLOGIA

Foram analisadas amostras de algas do tipo Nori (*Porphyra* spp.), Wakame (*Undaria pinnatifida*), Kombu (*Laminaria ochroleuca*) e Hijiki (*Hizikia fusiformis*). No tratamento preliminar, inicialmente as amostras foram cortadas, acondicionadas em frascos de polipropileno e submetidas a um congelamento em ultra freezer (-80 °C por 24 h). Em seguida, as amostras foram liofilizadas por 48 h e homogeneizadas com o auxílio de um triturador de alimentos. Em seguida, as amostras foram moídas em moinho com almofariz e pistilo motorizado e peneiradas com peneira de 0,841 mm. Na determinação do teor de cinzas, foram utilizados 2 g de amostra, pesadas (em triplicata) em cadinhos de porcelana, os quais foram inseridos no interior de um forno tipo mufla e submetidos a um programa de aquecimento que consistiu em uma rampa de aquecimento de 200 a 600 °C, com taxa de aquecimento de 200 °C h<sup>-1</sup> até atingir a temperatura de 600 °C permanecendo por 3 h. Depois de retirados da mufla, os cadinhos foram colocados no dessecador para resfriamento e em seguida foram pesados até a medida de massa constante (HORWITZ, W.; LATIMER, G. W., 2005). As análises por MEV foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura (Jeol, modelo SM 6610 LV Scanning Electron Microscope) localizado no Centro de Microscopia Eletrônica da Região Sul (CEME-Sul) da FURG.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após o tratamento preliminar, as amostras foram caracterizadas quanto ao seu teor de cinzas, conforme a Tabela 1.

**Tabela 1:** Determinação do teor de cinzas (%) em amostras de algas e a comparação com trabalhos da literatura.

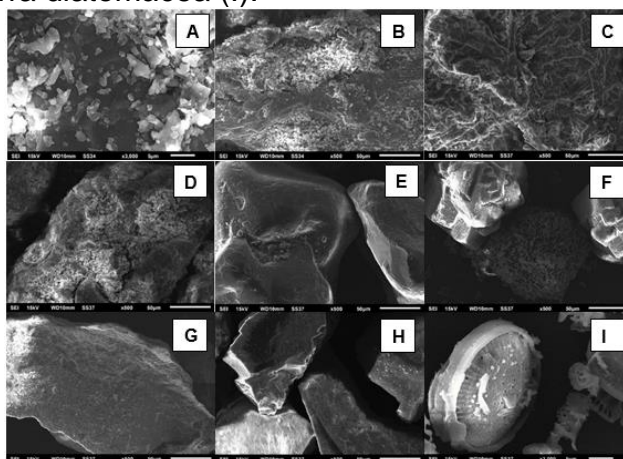
| Algas (espécie)                       | Neste trabalho | RUPÉREZ, 2002 | RIOUX; BEAULIEU; TURGEON, 2017 | SÁNCHEZ-MACHADO <i>et al.</i> , 2004 |
|---------------------------------------|----------------|---------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| Nori ( <i>Porphyra</i> spp.)          | 9 ± 0,212      | 20,6 ± 0,16   | 7-21                           | 19,1 ± 0,61                          |
| Wakame ( <i>Undaria pinnatifida</i> ) | 27 ± 0,004     | 39,3 ± 0,24   | 27-40                          | 31,2 ± 0,22                          |
| Kombu ( <i>Laminaria ochroleuca</i> ) | 24 ± 0,025     | 37,6 ± 0,40   | 15-45                          | 29,5 ± 1,05                          |
| Hijiki ( <i>Hizikia fusiforme</i> )   | 20 ± 0,385     | -             | -                              | -                                    |

A alga Wakame apresentou o maior teor de cinzas (27%), enquanto que a espécie Nori, o menor valor (9%). Essa diferença deve-se à composição química das algas que pode variar de acordo com as espécies, maturidade, habitat e condições ambientais (TABOADA, M. C.; MILLÁN, R.; MIGUEZ, M. I., 2013). Outro fato que pode justificar os resultados apresentados, é que a Nori, é uma espécie de alga vermelha, enquanto que as espécies Wakame, Kombu e Hijiki são algas marrons, as quais são mais abundantes em cinzas. Esses resultados estão de acordo com os reportados na literatura, conforme a Tabela 1. A maioria das espécies analisadas apresentou um alto teor de cinzas o que comprova que

elas são uma boa fonte de minerais. A caracterização por MEV foi utilizada para obter informações acerca da morfologia das amostras e dos suportes sólidos utilizados neste estudo conforme pode ser observado na Figura 1.

Através das imagens obtidas por MEV, pode-se observar que as amostras apresentaram formas irregulares com superfície rugosa e variabilidade de tamanho. Todos os suportes sólidos apresentam partículas de característica heterogênea e formas irregulares. A areia, a concha de mexilhão e o florissil apresentaram partículas com superfícies mais polidas e menos porosas. Já a alumina e a terra diatomácea apresentaram partículas com superfícies mais porosas, com uma elevada superfície de contato. As partículas de terra diatomácea apresentam um formato peculiar por ser uma rocha sedimentar biogênica formada a partir da deposição dos restos microscópicos das carapaças de algas diatomáceas.

**Figura 1:** Imagens obtidas por MEV para as amostras Nori (A), Kombu (B), Hijiki (C), Wakame (D) e os suportes sólidos areia (E), alumina (F), concha de mexilhão (G), florissil (H) e terra diatomácea (I).



#### 4. CONCLUSÕES

Através da caracterização das amostras e suportes sólidos, foi possível determinar os teores de cinzas nas amostras, os quais estiveram de acordo com dados da literatura e obter as imagens por MEV, as quais forneceram informações em nível microscópico com relação à topografia dos materiais. Através da caracterização dos suportes sólidos, foi possível obter informações importantes para entender o seu efeito na VA-MSPD. Os resultados descritos neste resumo são uma parte do trabalho desenvolvido pelo grupo de pesquisa, através do desenvolvimento e validação de um método analítico empregando a VA-MSPD para extração de halogênios a partir de amostras de algas comestíveis para posterior determinação por IC.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CAPRIOTTI, A.L.; CAVALIERE, C.; GIANANTI, P.; GUBBIOTTI, R.; SAMPERI, R.; LAGANA, A. Recent trends in matrix solid-phase dispersion, **Trends in Analytical Chemistry**, v. 43, p. 53-66 2013.
- FRENZEL, W.; MICHALSKI, R. Sample preparation techniques for ion chromatography. Application of IC-MS and IC-ICP-MS in Environmental Research, p.210-266, 2016



HORWITZ, W.; LATIMER, G. W. Official Methods of Analysis of Association of Analytical Chemists International. 18<sup>o</sup> ed, Gaythersburg: AOAC International, 2005.

MESKO, M. F.; TORALLES, I. G.; CRIZEL, M. G.; COSTA, V. C.; PIRES, N. R. X.; PEREIRA, C. M. P. D.; PICOLOTO, R. S.; MELLO, P. A. Determinação de bromo e iodo em alga marinha comestível por ICP-MS após decomposição por combustão iniciada por micro-ondas. **Química Nova**, v. 37, n. 6, p. 964-968, 2014.

OLIVEIRA, E. Sample Preparation for Atomic Spectroscopy: Evolution and Future Trends. **Journal Brazilian Chemical Society**. v. 14, p. 174-182, 2003.

TABOADA, M. C.; MILLÁN, R.; MIGUEZ, M. I. Nutritional value of the marine algae wakame (*Undaria pinnatifida*) and nori (*Porphyra purpurea*) as food supplements. **Journal of applied phycology**, v. 25, p. 1271-1276, 2013.

YEH, T. S.; HUNG, N.H.; LIN, T.C. Analysis of iodine content in seaweed by GC-ECD and estimation of iodine intake. **Journal of Food and Drug Analysis**, v. 22, p. 189-196, 2014.