

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DE METAIS EM AVES POR MIP OES

ANE MARTIELE TABORDA PARODES PINTO¹; ALINE LISBÔA MEDINA²;
MEIBEL TEIXEIRA LISBOA³; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO⁴; MARIANA
ANTUNES VIEIRA⁵

^{1,2,3,4,5}Universidade Federal de Pelotas, Programa de Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química (LabMeQui)

¹anemartieletaborda@yahoo.com.br; ²medinaline@gmail.com; ³meibellisboa@hotmail.com;
⁴andersonsch@hotmail.com; ⁵maryanavieira@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O segmento de carnes no Brasil, desde a década de 80, apresenta grande dinamismo em relação à produção, consumo e comércio exterior. Em particular, destaca-se o setor avícola, que tem se expandido tanto nos abates quanto nas exportações, por ser bastante competitivo e integrado ao mercado externo (EMBRAPA, 2011).

Dados da composição de alimentos são importantes para estimar a adequação das ingestões de nutrientes essenciais e avaliar os riscos de exposição decorrentes, principalmente da ingestão de elementos potencialmente tóxicos (ONIANWA *et al.*, 2001). A ingestão de alimentos é um meio de exposição aos metais, não só por serem componentes naturais de gêneros alimentícios, mas também por contaminação ambiental ou contaminação durante o processamento (ULUOZLU, *et al.* 2009). Os elementos químicos podem ser classificados como não essenciais e essenciais (EBDON *et al.*, 2001). Elementos potencialmente tóxicos podem ser prejudiciais mesmo em baixas concentrações quando ingeridos ao longo de um grande período de tempo. Os elementos essenciais também podem produzir efeitos tóxicos quando a ingestão é excessivamente elevada (CELIK; OEHLenschlager, 2007 e POURETEDAL; RAFAT, 2007)

Devido às exigências pela qualidade da carne de frango ser cada vez maior, deve-se ter um controle de qualidade no que se refere à quantidade de elementos essenciais e potencialmente tóxicos. Com isto, existe uma necessidade de desenvolver métodos analíticos que viabilizem a determinação de metais em aves. Para tal fim, é desejável que esses métodos sejam simples, baratos, rápidos, sensíveis e forneçam resultados confiáveis. O uso do sistema de refluxo para decomposição completa das amostras em um sistema semifechado com aquecimento convencional é ainda muito pouco explorado para este tipo de matriz. Assim sendo, o presente trabalho tem como objetivo desenvolver um novo método analítico para a quantificação de Al, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na e Zn em amostras de peito de aves para auxiliar na avaliação da qualidade da carne de ave consumida no que se refere a composição elementar. A técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) foi utilizada. O MIP OES apresenta-se de grande interesse em determinações analíticas por se tratar de uma técnica multielementar, com baixo custo de análise e boa sensibilidade.

2. METODOLOGIA

AMOSTRAS

Para o desenvolvimento do método foi utilizado uma amostra de peito de frango convencional. Todas as amostras foram adquiridas no comércio de Pelotas. Ao chegar ao laboratório, às mesmas foram descongeladas, trituradas, homogeneizadas e mantidas congeladas a $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ até o momento das análises.

PLANEJAMENTO ESTATÍSTICO EXPERIMENTAL

A otimização do procedimento de decomposição ácida com sistema de refluxo foi realizada através de um planejamento estatístico, considerando as seguintes variáveis independentes: volume de HNO_3 (mL), tempo (min) e temperatura de decomposição ($^{\circ}\text{C}$). A massa de amostra foi fixada em 2 g. As faixas das variáveis independentes foram baseadas em experimentos realizados anteriormente. Foi realizado um delineamento composto central rotacional (DCCR), 2^3 com 3 pontos centrais e 6 pontos axiais, totalizando 17 ensaios. Como variáveis dependentes foram avaliadas as intensidades de sinal analítico para o Al, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na e Zn e a concentração de C, através da técnica de MIP OES. Para a análise dos dados foi utilizado o software Statistica 7.0 (StatSoft, Inc., Tulsa, OK, EUA) com nível de confiança de 90 %.

PROCEDIMENTO DE PREPARO DAS AMOSTRAS

Alíquotas de 2 g de amostras de peito de aves foram pesadas diretamente nos tubos de decomposição e, posteriormente adicionaram-se 7,5 mL de HNO_3 65 % (v/v). Em seguida, o sistema de refluxo foi acoplado aos tubos de decomposição, e então os mesmos foram levados ao aquecimento no bloco digestor por 180 min a $160\text{ }^{\circ}\text{C}$. Após o resfriamento das amostras a temperatura ambiente, a solução resultante foi transferida, para frascos de polipropileno, avolumadas a 50,0 mL com água deionizada e posteriormente diluídas 2 vezes. Todas as amostras foram decompostas em triplicata e, juntamente foram preparados os respectivos brancos. O volume de HNO_3 empregado, bem como, o tempo e a temperatura de decomposição foram otimizados através de planejamento estatístico, como mencionado anteriormente.

VALIDAÇÃO ANALÍTICA

Após o desenvolvimento do método foi realizada a validação analítica e os parâmetros de mérito avaliados foram: faixa linear de trabalho, limites de detecção e quantificação, linearidade, precisão e exatidão.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em um primeiro momento, os resultados obtidos pelo DCCR mostraram quais foram as variáveis significativas na determinação das intensidade de Al, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na e Zn e concentração de C, ao nível de 90 % de confiança. Para o Al, Cu, Fe, K e Zn, nenhuma variável se apresentou estatisticamente significativa. Para Ca, Mg, Na e C algumas variáveis foram significativas, com isto em um segundo momento, foi possível gerar superfícies de resposta para estes

elementos. As Figuras 1, 2 e 3 apresentam as superfícies de resposta para os elementos Ca, Mg e Na, respectivamente. A análise das superfícies de resposta indicou que o maior valor de intensidade foi obtido quando foram utilizadas as seguintes condições: 180 minutos de decomposição, temperatura do bloco digestor de 160 °C e 7,5 mL de HNO₃ (ponto central).

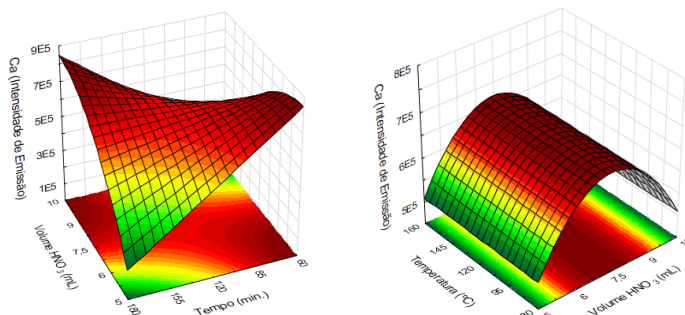


Figura 1 - Superfície de resposta para volume de HNO₃ *versus* tempo de decomposição e temperatura de decomposição *versus* volume de HNO₃ para a determinação de Ca em peito de frango convencional.

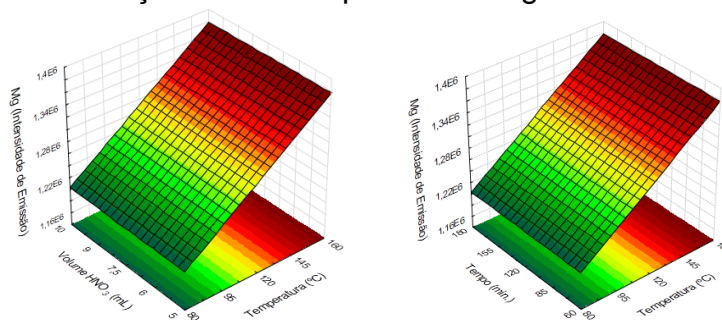


Figura 2 - Superfície de resposta para volume de HNO₃ *versus* temperatura de decomposição e para tempo *versus* temperatura de decomposição para a determinação de Mg em peito de frango convencional.

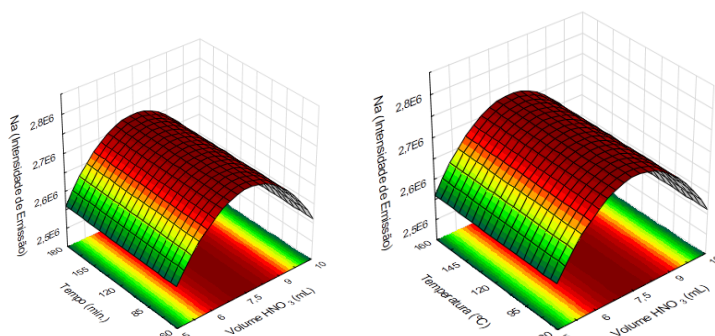


Figura 3 - Superfície de resposta para tempo de decomposição *versus* volume de HNO₃ e temperatura de decomposição *versus* volume de HNO₃ para a determinação de Na em peito de frango convencional.

O teor de carbono é um parâmetro importante para avaliar a eficácia dos procedimentos de decomposição da amostra (GOUVEIA *et al.*, 2001). Condições estas que se confirmam através do estudo do C, onde menores concentrações de carbono foram encontradas nas condições de maior tempo, temperatura e volume intermediário.

Portanto, as condições escolhidas para a decomposição das amostras foram: tempo de 180 min, volume de 7,5 mL de HNO₃ e temperatura de 160 °C.

Como nenhuma variável apresentou-se estatisticamente significativa para Zn, Cu, Fe, Al e K, utilizou-se as mesmas condições otimizadas para o Ca, Mg e Na. Desta forma, a exatidão do método foi avaliada com o uso de material de referência certificado (CRM) e por meio de testes de recuperação.

De acordo com os resultados obtidos, os valores de concentração encontrados para os analitos foram concordantes com os valores certificados e as recuperações obtidas nos testes de recuperação variaram de 105 a 108 %, ambos indicando uma boa exatidão do método avaliado. O desvio-padrão relativo (RSD) ficou menor que 8,6 % nos ensaios, atestando uma boa precisão do método.

O método foi aplicado para a análise de amostras de peito de frango convencional e as concentrações obtidas ficaram na média de $2,77 \pm 0,02$ para Al; $88,30 \pm 0,07$ para Ca; $1,99 \pm 0,20$ para Cu; $3,95 \pm 0,20$ para Fe; $3,236 \pm 40$ para K; $292,62 \pm 6,35$ para Mg; $312,03 \pm 0,59$ para Na e $7,72 \pm 0,79$ para Zn, todos os resultados expressos em $\text{mg kg}^{-1} \pm \text{SD}$.

4. CONCLUSÕES

O emprego da decomposição ácida com sistema de refluxo como método de preparo de amostra de aves para a determinação de metais mostrou-se adequada. O método de preparo de amostra desenvolvido apresenta uma boa exatidão e precisão, atestada pelas análises de CRM e pelos valores de RSD, possibilitando então, ser utilizado para amostras de aves.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CELIK, U.; OEHLenschLAGER, J. High contents of cadmium, lead, zinc and copper in popular fishery products sold in Turkish supermarkets. **Food Control**, v. 18, n. 3, p. 258–261, 2007.
- EBDON, L.; PITTS, L.; CREWS, H.; CORNELIS, R.; DONARD, O. F. X.; QUEVAUVILLER, P. Trace Element Speciation for Environment. **Food and Health**, p. 331-353, 2001.
- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – EMBRAPA. **Embrapa suínos e aves**. 2011. Acessado em 01 mar. 2017. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/suinos-e-aves>>.
- GOUVEIA, S. T.; SILVA, F. V.; COSTA, L. M.; NOGUEIRA, A. R. A.; NÓBREGA, J. A. Determination of residual carbon by inductively-coupled plasma optical emission spectrometry with axial and radial view configurations. **Analytica Chimica Acta**, v. 445, n. 2, p. 269-275, 2001.
- ONIANWA, P. C.; ADEYEMO, A. O.; IDOWU, O. E.; OGABIELA, E. E. Copper and zinc contents of Nigerian foods and estimates of the adult dietary intakes. **Food Chemistry**, v. 72, n. 1, p. 89–95, 2001.
- POURETEDAL, H. R.; RAFAT, M. Simultaneous determination of nickel (II) and copper (II) by second-derivative spectrophotometric method in micellar media. **Journal of the Chinese Chemical Society**, v. 54, p. 157-164, 2007.
- ULUOZLU, O. D.; TUZENA, M.; MENDIL, D.; SOYLAK, M. Assessment of trace element contents of chicken products from turkey. **Journal of Hazardous Materials**, v. 163, p. 982-987, 2009.