

DETERMINAÇÃO DE Cu, Zn, Mn e Cr EM AMOSTRA DE ARROZ INTEGRAL POR MIP OES

JANAÍNA GARCIA TIMM¹; MEIBEL TEIXEIRA LISBOA²; ANDERSON
SCHWINGEL RIBEIRO³, MARIANA ANTUNES VIEIRA⁴

¹Universidade Federal de Pelotas – janaina_gt@yahoo.com.br

²Universidade Federal de Pelotas – meibellisboa@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – andersonsch@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – maryanavieira@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O arroz é um dos cereais mais comumente encontrados na dieta humana, pois é um alimento altamente energético, além de se apresentar como uma ótima fonte de carboidratos. Sob o ponto de vista nutricional, o arroz integral reúne grandes propriedades que trazem benefícios à saúde humana, pois além de ser uma ótima fonte de nutrientes, possui grandes concentrações de vitaminas do complexo B JULIANO (1993).

O Brasil se destaca como um dos maiores produtores mundiais de arroz. Os principais tipos de arroz que são consumidos e comercializados são o branco polido, parboilizado, parboilizado integral e integral, sendo que este último é considerado com maior fonte de nutrientes CASTRO et. al (1999). Devido à alta produção e consumo desse cereal, é crescente a preocupação com relação à sua composição, bem como a forma que se procede o seu cultivo, já que são utilizados agroquímicos nas lavouras arrozeiras que podem vir a contribuir com a introdução de grandes concentrações de contaminantes inorgânicos (HANG et al (2009).

No que se refere ao preparo das amostras de arroz, a grande dificuldade está em garantir a máxima eliminação dos concomitantes orgânicos presentes na matriz. Assim, alternativas para o preparo dessas amostras devem ser elaboradas e melhor investigadas, a fim de aliar simplicidade, baixo custo e segurança operacional NARDI et al (2009) e ORESTE et al (2013). Com este intuito, a digestão ácida com sistema de refluxo através de um dedo frio vem se mostrando uma excelente alternativa para o preparo de diversas matrizes OREST (2013). Diante do exposto, o presente trabalho tem como objetivo desenvolver um método usando a decomposição ácida com sistema de refluxo para posterior determinação de Cu, Zn, Mn e Cr por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES) em amostras de arroz integral.

2. METODOLOGIA

AMOSTRAGEM

Primeiramente, foi selecionada uma amostra de arroz integral, dando prioridade para que a mesma fosse de produção local. A mesma foi adquirida no comércio da cidade de Pelotas-RS.

A amostra foi previamente triturada em moedor de uso doméstico e peneirada a tamanho de partículas menores que 300 µm. Para o desenvolvimento do método, procedeu-se estudos afim de avaliar as melhores condições para o preparo da amostra.

PREPARO DAS AMOSTRAS

Para o preparo da amostra, foram otimizados os seguintes parâmetros: massa de amostra, volume de ácido nítrico, tempo e temperatura de aquecimento do bloco digestor. Após a otimização, o seguinte procedimento foi utilizado para a decomposição: pesaram-se aproximadamente 500 mg de amostra em tubos de digestão e em seguida adicionaram-se 5 mL de HNO_3 65% m/m. Posteriormente, os tubos foram encaminhados ao bloco digestor por um tempo de 3 h a 150°C. Após esse tempo, as soluções resultantes foram transferidas para um frasco de polipropileno e avolumadas com água desionizada a 50 mL.

As determinações das concentrações de Cu, Zn, Mn e Cr foram realizadas pela técnica de MIP OES (Agilent) utilizando o sistema convencional (nebulização direta) para a introdução da amostra no espectrômetro. Os padrões da curva de calibração foram preparados a partir de uma solução estoque multielementar contendo 100 mg L^{-1} de cada analito. A faixa da curva de calibração foi de 0,1 a 5,0 mg L^{-1} para todos os analitos. Para avaliar a exatidão do método foi aplicada a técnica de adição de analito. Para isso, três níveis de concentração foram adicionados 0,1, 0,25 e 0,5 mg L^{-1} . Todas as medidas e preparo da amostra foram realizadas em triplicata e acompanhadas por determinações dos brancos analíticos correspondentes.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Avaliando-se os parâmetros de mérito obtidos para ambos analitos investigados (Tabela 1), pode-se observar boa linearidade das curvas de calibração ($R \geq 0,99$), bem como sensibilidade adequada para a quantificação dos analitos nas amostras de arroz. Os limites de detecção alcançados se apresentaram satisfatórios.

Tabela 1: Parâmetros de Mérito para Cu, Zn, Mn e Cr por MIP OES

Analito	a (L^{-1} mg)	LD método (mg Kg^{-1})	R
Cu	200685	0,16	0,999
Zn	21863	23,18	0,999
Mn	63266	0,25	0,999
Cr	58207	3,40	0,999

a: coeficiente angular da curva; LD: limite de detecção; R: coeficiente da curva de calibração.

Pode-se também verificar a exatidão dos resultados através de testes de adição de analito, nos quais foram obtidas ótimas recuperações, que ficaram em uma faixa de 80 a 107%. Isso demonstra que o método pode ser empregado para o controle dos metais Cu, Zn, Mn e Cr em amostras de arroz integral.

Os resultados de concentração dos analitos encontrados na amostra investigada estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados das concentrações encontradas (em mg Kg^{-1}) para Fe, Cu, Zn, Mn e Cr na amostra de arroz integral (média ± desvio padrão para $n=3$).

Analito	Média da concentração ± desvio padrão	RSD (%)
Cu	$4,4 \pm 0,4$	8,9
Zn	$45,6 \pm 1,6$	3,6
Mn	$85,6 \pm 1,2$	1,4
Cr	< LD	3,8

De acordo com os valores apresentados na Tabela 2, percebe-se que foram obtidos resultados precisos, uma vez que o RSD médio correspondeu a 4,7%. Com relação as concentrações dos analitos na amostra, as de Cu e Zn ficaram abaixo do limite estabelecido pela legislação ANVISA (1965), que são de $30,0$ e 50 mgL^{-1} , respectivamente. Para os demais elementos não há um limite mínimo de concentração estabelecido pela legislação.

4. CONCLUSÕES

O método desenvolvido que utiliza a decomposição ácida com sistema de refluxo e análise por MIP OES, mostrou um grande potencial para a determinação de metais como Cu, Zn, Mn e Cr na amostra de arroz integral, uma vez que apresentou ótimos resultados, com exatidão e precisão. O presente estudo deve ser ampliado para mais amostras de diferentes tipos de arroz, bem como para a determinação de outros elementos, em concentrações em níveis mais baixos, utilizando também diferentes técnicas e metodologias para introdução da amostra no plasma, como por exemplo, o uso do Sistema *Multimode*.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Normas reguladoras do emprego de aditivos para alimentos. Decreto nº 55871, de 26 de março de 1965.

CASTRO, E.; VIEIRA, N. R.; RABELO, R.R.; SILVA, S.A. Qualidade de grãos em arroz. Santo Antônio de Goiás: Embrapa Arroz e Feijão. p. 30 (Embrapa Arroz e Feijão. Circular Técnica, 34), 1999.

JULIANO, B.O. Rice in human nutrition. Rome: FAO, 1993. Acessado em agosto de 2017. Disponível na internet: <http://www.fao.org>.

HANG, X.; WANG, H.; ZHOU, J.; MAA, C.; DU, C.; CHEN, X. Risk assessment of potentially toxic element pollution in soils and rice (*Oryza sativa*) in a typical area of the Yangtze River Delta. X. **Environmental Pollution**, v. 157, p. 2542 - 2549, 2009.

NARDI, E. P.; EVANGELISTA, F. S.; TORMEN, L.; SAINT-PIERRE, T. D.; CURTIUS, A. J.; DE SOUZA, S. S. The use of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of toxic and essential elements in different types of food samples, **Food Chemistry**, v. 112, p. 727-732, 2009.

ORESTE, E. Q.; DE OLIVEIRA, R. M.; NUNES, A. M.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S. Sample preparation methods for determination of Cd, Pb and Sn in meat samples by GFAAS: use of acid digestion associated with a cold finger apparatus versus solubilization methods. **Analytical Methods**, v. 5, p. 1590, 2013.

ORESTE, E. Q.; DE JESUS, A.; OLIVEIRA, R. M.; DA SILVA, M. M.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S. New design of cold finger for sample preparation in open system: Determination of Hg in biological samples by CV-AAS. **Microchemical Journal**, v. 109, p. 5-9, 2013.