

## DESENVOLVIMENTO DE UM MÉTODO DE PREPARO DE AMOSTRA PARA DETERMINAÇÃO ELEMENTAR NO GRÃO-DE-BICO

**SABRINA HÄRTER SCHERDIEN<sup>1</sup>; DAISA HAKBART BONEMANN<sup>2</sup>; CAMILA CORRÊA PEREIRA<sup>2</sup>; ALEXANDER OSSANES DE SOUZA<sup>2</sup>; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas, LabMeQui/CCQFA – sabrinascherdien@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas, LabMeQui/PPGQ/CCQFA – daisa\_bonemann@yahoo.com.br; camila.cpereira@hotmail.com; alexander.souza@hotmail.com*

<sup>3</sup>*Universidade Federal de Pelotas, LabMeQui/PPGQ/CCQFA – andersonsch@hotmail.com*

### 1. INTRODUÇÃO

O grão de bico é uma leguminosa alternativa para dietas vegetarianas, sendo importante fonte de proteínas, minerais, fibras e carboidratos (SIMSEK, et al. 2015). Segundo uma pesquisa realizada pelo IBOPE este ano, 14% da população brasileira se considera vegetariana. Porcentagem essa, que vem crescendo, tendo em vista que em 2012 uma pesquisa, também realizada pelo IPOBE, apontava que 8% da população era adepta a esse estilo de dieta.

Devido a esse aumento no consumo por parte da população, principalmente de vegetarianos no Brasil, é extremamente importante avaliar se este alimento não oferece riscos aos consumidores, pois dentre os minerais considerados essenciais ao organismo, pode também apresentar concentrações de elementos não essências provenientes do solo, do uso de fertilizantes e agroquímicos. KAFAOGLU et al. (2014) relata que a leguminosa é considerada fonte de nutrientes como os elementos essenciais B, Cu, Fe, Mn, Se e Zn, os quais estão envolvidos em muitas funções importantes no organismo, como reações enzimáticas, mineralização óssea, proteção de células, entre outras. Sendo assim para a quantificação dos elementos, tanto essenciais quanto potencialmente tóxicos, é importante um preparo de amostra adequado apresentando resultados precisos e exatos. Esta é a etapa mais importante da sequência analítica, a qual se gasta um maior tempo, tem o maior custo e ocorrem os maiores erros (KRUG, 2008).

Dentre as técnicas utilizadas para determinar a concentração desses elementos, uma alternativa é a técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES), a qual tem se tornado atrativa por ser uma técnica multielementar que possui baixo custo, pois o plasma é mantido com nitrogênio convertido a partir do ar atmosférico comprimido (NIEDZIELSKI, et al., 2015).

Com isso, esse trabalho tem como objetivo desenvolver um método de preparo de amostra de grão-de-bico, otimizando os parâmetros como massa de amostra, tempo e temperatura de decomposição para posterior quantificação por MIP OES, no intuito de se obter uma solução resultante dentro dos parâmetros adequado para ser introduzido no equipamento.

### 2. METODOLOGIA

A amostra de grão de bico foi adquirida no comércio local de Pelotas/RS. Inicialmente a amostra foi moída em um processador de alimentos e após realizou-se um estudo de preparo de amostra. Foram otimizadas a quantidade de amostra, variando em 250 a 1000 mg; a temperatura de aquecimento do bloco digestor em 150 °C e 200 °C e o tempo de decomposição em 2 e 3 horas com o uso do HNO<sub>3</sub>. As massas foram pesadas diretamente nos tubos de digestão, adicionou-se 5 mL

de HNO<sub>3</sub> bidestilado e levou-se para aquecimento em um bloco digestor com um sistema de refluxo acoplado com temperatura de resfriamento em 15 °C, evitando perdas por volatilização dos analitos e reagente. Após o tempo de 2 horas adicionou-se 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e levou-se novamente ao aquecimento por mais uma hora. O mesmo procedimento foi realizado para o tempo de 3 horas. Por fim, transferiu-se para frascos volumétricos e preencheu-se com água desionizada com um volume final de 50 mL. Para todas as decomposições realizaram-se estudos do teor de acidez e sólidos dissolvidos conforme metodologia descrita por Adolfo Lutz (2008).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Primeiramente, realizou-se um estudo variando somente a massa de amostra de grão-de-bico para as temperaturas de 150 e 200 °C e os resultados de acidez e sólidos dissolvidos podem ser observados nas Figuras 1 e 2, respectivamente.

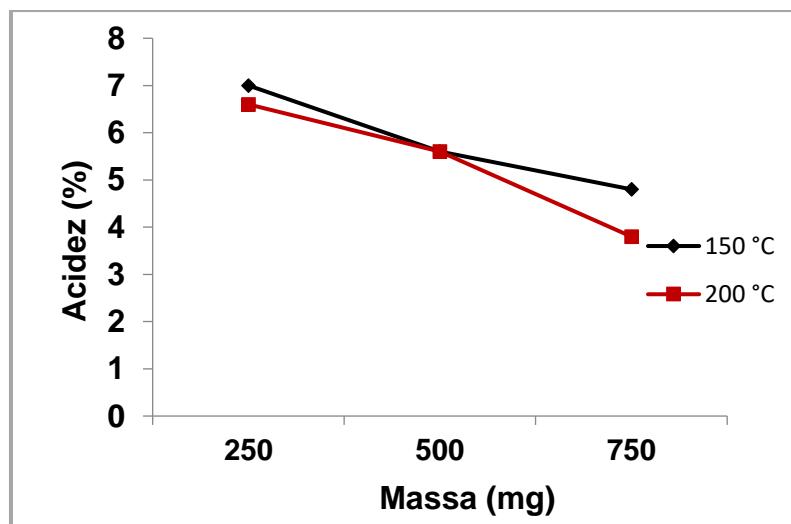


Figura 1. Teor de Acidez a 150 e 200 °C.

Com os resultados de acidez e sólidos dissolvidos foi possível observar que na temperatura de 150 °C o teor de acidez, para as massas de 250 e 500 mg, ficou acima do recomendado pelo fabricante que é de 5 % (AGILENT TECHNOLOGIES, 2016), indicando que há um excesso de ácido para a pequena quantidades de amostra utilizada. Já a massa de 750 mg apresentou valor de acidez inferior ao recomendado, demonstrando que para o volume de ácido utilizado, é possível decompor com segurança a maior massa, sem ter a necessidade de uma etapa adicional de diluição para atingir os parâmetros recomendados para o MIP OES.

Para a temperatura de 200 °C, a porcentagem de ácido diminuiu ainda mais, demonstrando uma melhora na decomposição da amostra, fornecendo um teor de acidez extremamente adequando para ser introduzido no equipamento.

Ao comparar os valores de acidez para ambas as temperaturas, é notável que com maior temperatura o teor de acidez para 750 mg encontrou-se dentro dos padrões do fabricante. Em relação ao tempo de decomposição, não houve diferença significativa no teor de acidez para as temperaturas e massas estudadas.

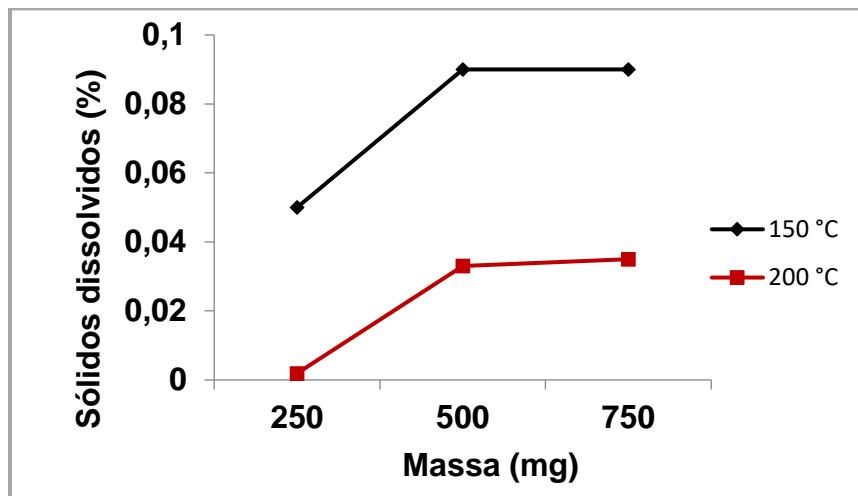


Figura 2. Teor de Acidez e Sólidos Dissolvidos a 150 e 200 °C.

Em termos de sólidos dissolvidos, os teores nas diferentes massas e temperaturas apresentaram-se dentro dos padrões estabelecidos que é de 3% m/v. No entanto, é possível observar que com o aumento da massa de amostra o teor de sólidos dissolvidos também aumenta, independente da temperatura de decomposição. Já em relação ao tempo de decomposição, 2 e 3 horas, também não houve diferença na porcentagem de sólidos dissolvidos, conforme já havia sido observado na acidez.

Os resultados para a massa de 1000 mg não estão apresentados, pois houve uma projeção da amostra devido a formação de espuma ao longo do aumento da temperatura e consequente contato com o dedo frio acoplado ao tubo, ficando aderida nas paredes no tubo, não tendo uma completa decomposição. Com isso, optou-se por não utilizar essa massa, devido aos inconvenientes já citados e dessa forma não se recomenda utilizar essa quantidade para as análises.

Sendo assim, observa-se que é possível decompor de forma eficiente a massa de até 750 mg da amostra de grão de bico, a uma temperatura de 200 °C por 2 horas com HNO<sub>3</sub> em copo aberto com sistema de refluxo e obter com segurança uma solução resultante do preparo de amostra dentro dos parâmetros de acidez e sólidos dissolvidos recomendados pelo fabricante do MIP OES. De acordo com os resultados obtidos é possível observar que estudos de preparamos de amostra são importantes, pois a relação massa de amostra/volume da solução deve ser flexível para que a diluição da amostra não seja alta e assim possa comprometer o limites de detecção do método (LD<sub>m</sub>).

#### 4. CONCLUSÕES

Dante dos resultados obtidos, observa-se que o desenvolvimento de um método de preparo de amostra é importante para adequar a solução resultante ao equipamento de medida, possibilitando o emprego da máxima quantidade possível da amostra de grão de bico, para fornecer LD<sub>m</sub> adequados para as determinações elementares de elementos essenciais e potencialmente tóxicos. Este trabalho está em desenvolvimento, com isso, novos estudos ainda serão realizados para tentar atingir uma decomposição segura de 1000 mg de amostra, além de submeter ao procedimento de validação e aplicar a metodologia em um maior número de amostras comerciais.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGILENT TECHNOLOGIES. **Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES)** - Application. 167 p. 2016.

SIMSEK, S.; HERKEN, E. N.; OVANDO-MARTINEZ, M. Chemical composition, nutritional value and in vitro starch digestibility of roasted chickpeas. **Society of Chemical Industry**, v.96, p 2896-2905, 2015.

KAFAOGLU, B.; FISHER, A.; HILL, S.; KARA, D. Chemometric evaluation of trace metal concentration in some nuts and seeds. **Food Additives & Contaminants: Part A**, 2014. London, v.31, n.9, p 1529-1538. 2014.

NIEDZIELSKI, P.; KOZAK, L.; WACHELKA, M.; JAKUBOWSKI, K.; WYBIERALSKA, J.; O plasma induzido micro-ondas com espectrometria de emissão óptica (MIP-OES) na determinação de 23 elementos em amostras geológicas. **Talanta**, v. 132, n. p. 591-599, 2015.

KASSOUF, A.; CHEBIB, H.; LEBBOS, N.; OUAINI, R. Migration of iron, lead, cadmium and tin from tinplate-coated cans into chickpeas. **Food Additives & Contaminants**. v.30, n. 11, p. 1987-1992. 2013.

ERDOGAN, S.; ERDEMOGLU, S. B.; KAYA, S. Optimization of microwave digestion for determination of Fe, Zn, Mn and Cu in various legumes by flame atomic absorption spectrometry. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 86, p 226-232, 2005.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análises de alimentos**. 4<sup>a</sup> ed. (1<sup>a</sup> Edição digital), 2008.

KRUG, F. J.; **Métodos de preparo de amostras: Fundamentos sobre o preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. 1<sup>a</sup> ed., 2008.