

DETERMINAÇÃO DE Fe, Zn, Mg e Na EM AMOSTRA DE SUPLEMENTO VEGETARIANO POR ESPECTROMETRIA ATÔMICA APÓS DIGESTÃO ÁCIDA COM SISTEMA DE REFLUXO

AMANDA MARTINS ANTUNES¹; EMANOELLI RESTANE LOPES²; MEIBEL TEIXEIRA LISBOA³; ADRIANE MEDEIROS NUNES⁴

¹Universidade Federal de Pelotas – amandamartinsantunes@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – emanoellilopes@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – meibellisboa@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – adriane.mn@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

A ideia de que os suplementos alimentares possam contribuir para uma melhora no rendimento dos exercícios físicos e alcançar mais rapidamente um “corpo ideal” faz com que muitas pessoas procurem inserir este alimento na dieta (GOMES, 2010; JESUS & SILVA, 2008). Os suplementos também podem ser utilizados para suprir possíveis deficiências de nutrientes na dieta (LINHARES & LIMA, 2006). No Brasil, a categoria de “Suplementos Alimentares” ainda não é reconhecida pela ANVISA, mas esses produtos podem ser enquadrados como Suplementos Vitamínicos e Minerais ou como Alimentos para Atletas (RDC n.18/2010).

Os suplementos proteicos, classificados como Alimentos para Atletas, têm como constituintes principais as proteínas, que podem ser tanto de origem animal quanto vegetal. O mais conhecido é *Whey Protein*, que é à base de proteína do soro do leite. No entanto, seja por questões ambientais ou pessoais, a crescente demanda por produtos de origem vegetal faz com que as indústrias procurem fontes de proteínas vegetais para os suplementos proteicos (ABOU-SAMRA et al., 2011).

No que se refere ao preparo da amostra, o método deve ser escolhido a fim de aliar simplicidade, baixo custo e segurança operacional (ORESTE et al., 2013). Com este intuito, a digestão ácida com sistema de refluxo através de um dedo frio vem se mostrando eficiente para atingir os objetivos desejados (ORESTE, 2013). Sendo assim, este trabalho tem como objetivo principal a determinação de Fe, Zn, Mg e Na por Espectrometria de Absorção/Emissão Atômica com Chama (FAAS/AES) em amostra de suplemento à base de proteína vegetal.

2. METODOLOGIA

AMOSTRA

A amostra utilizada neste trabalho foi adquirida em um estabelecimento comercial da cidade de Pelotas/RS. O suplemento proteico vegetariano da marca Essential Nutrition com sabor de cacau, é indicado para atletas e têm como base a proteína isolada da ervilha e da batata.

PREPARO DA AMOSTRA

Inicialmente, foi realizado um estudo do preparo da amostra utilizando o procedimento de digestão ácida, onde foram testadas duas condições de trabalho: a primeira somente com HNO₃, e a outra com HNO₃ e H₂O₂. Assim, analisou-se visualmente a solução melhor digerida, ou seja, a que se caracterizava mais límpida.

Após escolhida a melhor condição, o preparo de amostra foi realizado no bloco digestor utilizando HNO_3 e H_2O_2 . Para isso, foram pesados 100 mg de amostra seca diretamente no tubo digestor e foram adicionados 5 mL de HNO_3 65% m/m. O tubo foi levado para o bloco digestor, no qual foi inserido o sistema de refluxo e, em seguida, iniciou-se o aquecimento. Quando a temperatura atingiu 150 °C, esperou-se 1 h e, posteriormente, o tubo foi resfriado, para então adicionar 2 mL de H_2O_2 e o tubo retornou para o aquecimento no bloco por mais 1 h. Ao término do tempo, a solução solubilizada foi transferida para o frasco de polipropileno e foram avolumadas a 50 mL com água desionizada.

Para as determinações dos metais nas amostras foi utilizado o espectrômetro de absorção/emissão atômica com chama (F AAS/AES) da marca Perkin Elmer, modelo AAnalyst 200. As curvas de calibração foram preparadas utilizando soluções intermediárias de 1.000 mg/L para o Fe, Zn e Na e 100 mg/L, no caso do Mg, preparadas a partir de soluções estoque de cada elemento.

As faixas de concentração para o Fe, Zn, Mg e Na foram de 1,0 a 6,0 mg/L, 0,5 a 3,0 mg/L, 0,1 a 0,5 mg/L e 0,5 a 2,0 mg/L, respectivamente. Para que as curvas apresentassem a mesma porcentagem de acidez que a amostra, foi adicionado HNO_3 , em uma concentração final de 5% (m/m), em todas as curvas. E, para a curva do Mg foi adicionado solução de cloreto de lantânio, na concentração final de 10% de La. Finalmente, as curvas de Fe, Zn e Na foram avolumadas com água deionizada para 50 mL e a de Mg para 15 mL.

Para avaliar a exatidão do método foi aplicada a técnica de adição de analito. Para isso, dois pontos de concentração foram adicionados de cada analito. As concentrações adicionadas foram de 1,5 e 3,0 mg/L para o Fe, 1,5 e 2,5 mg/L para o Zn, 0,15 e 0,3 mg/L para o Mg e 0,75 e 1,25 mg/L para o Na. No caso do Mg e Na, deve-se considerar o fator de diluição de 10 e 20 vezes, respectivamente. Todas as medidas e preparo da amostra foram realizadas em triplicata e acompanhadas por determinações dos brancos analíticos correspondentes.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nas análises de Fe, Mg, Zn e Na utilizando o F AAS, as curvas de calibração de cada elemento apresentaram os parâmetros de mérito demonstrados na Tabela 1. Percebe-se que todos os elementos obtiveram bons coeficientes de correlação linear, com R superior a 0,99, bem como os limites de detecção e quantificação e sensibilidades adequados para atender ao objetivo proposto.

Tabela 1. Parâmetros de mérito para Fe, Mg, Zn e Na por F AAS/AES.

| Elementos | a (L/mg) | R | LD (mg/L) | LQ (mg/L) |
|-----------|----------|--------|-----------|-----------|
| Fe | 0,0742 | 0,9930 | 0,0182 | 0,0609 |
| Zn | 0,3588 | 0,9907 | 0,0047 | 0,0158 |
| Mg | 1,2928 | 0,9982 | 0,0011 | 0,0037 |
| Na | 10194,87 | 0,9916 | 0,0098 | 0,0327 |

a: coeficiente angular da curva; R: coeficiente da curva de calibração; LD: limite de detecção do instrumento; LQ: limite de quantificação do instrumento;

Os resultados das concentrações dos analitos encontrados na amostra, bem como os resultados do teste de adição estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Resultados das concentrações encontradas e das recuperações (em mg/L) para Fe, Zn, Na e Mg por F AAS/AES na amostra de suplemento vegetariano

| Elementos | Concentração de analito adicionada (mg/L) | média \pm desvio padrão (RSD) | Recuperação (%) |
|-----------|---|---------------------------------|-----------------|
| Fe | Sem adição | 0,24 \pm 0,01 (5,84) | - |
| | Adição de 1,5 | 1,85 \pm 0,01 (0,50) | 107 |
| | Adição de 3,0 | 3,42 \pm 0,12 (3,45) | 106 |
| Zn | Sem adição | 0,11 \pm 0,01 (9,54) | - |
| | Adição de 1,5 | 1,90 \pm 0,03 (1,46) | 119 |
| | Adição de 2,5 | 2,75 \pm 0,07 (2,67) | 106 |
| Mg | Sem adição | 0,21 \pm 0,10 (4,78) | - |
| | Adição de 0,15 | 0,40 \pm 0,01 (1,78) | 104 |
| | Adição de 0,3 | 0,52 \pm 0,01 (0,11) | 101 |
| Na | Sem adição | 0,84 \pm 0,01 (0,48) | - |
| | Adição de 0,75 | 1,47 \pm 0,01 (0,89) | 84 |
| | Adição de 1,25 | 1,86 \pm 0,01 (0,25) | 81 |

Pode-se verificar que foram obtidas ótimas recuperações, que ficaram em uma faixa de 81 a 119%, comprovando a exatidão do método e os valores de desvio padrão relativo (RSD's) foram inferiores a 10%, comprovando a precisão do método, cumprindo com os objetivos propostos para este trabalho.

Correlacionando os valores obtidos experimentalmente com o rótulo da amostra, conforme Tabela 3, verificou-se que as concentrações de Fe e Mg foram menores do que a informada, enquanto a concentração do Zn foi equivalente. O Na, por sua vez, foi o que se encontrou com teor acima do que o informado no rótulo.

Tabela 3. Comparação entre o teor encontrado para cada elemento com o valor informado pelo rótulo da amostra

| Porção: 36 g | | | | |
|--------------|-------------------|-----|-----------------------|-----|
| Elementos | Valores no rótulo | | Valores experimentais | |
| | Quantidade (mg) | %VD | Quantidade (mg) | %VD |
| Fe | 6,00 | 43 | 4,32 | 31 |
| Zn | 2,00 | 29 | 1,96 | 28 |
| Mg | 44,00 | 17 | 38,61 | 15 |
| Na | 247,00 | 10 | 302,30 | 13 |

Para o cálculo do Valor Diário (VD), considera-se os valores de referência de 14 mg para o Fe, 7 mg para o Zn, 260 mg para o Mg e 2400 mg para o Na. Então, os resultados demonstram que Fe, Zn, Mg e Na irão contribuir com 31, 28, 15 e 13 %, respectivamente, na alimentação diária

Apesar da diferença entre os valores experimentais e o rótulo informado pelo fabricante, percebe-se que os respectivos teores dos elementos estão dentro do limite diário recomendado de acordo com o *Food and Nutritional Board* e a ANVISA. Vale lembrar que a amostra, por se tratar de um suplemento proteico, não deve substituir totalmente uma refeição completa, portanto ela será consumida junto com outros alimentos ao longo das refeições diárias. Isto significa que a dieta deve ser adequada para fornecer o restante necessário para atingir os valores de RDA.

4. CONCLUSÕES

Através da realização do presente trabalho, pode-se avaliar as melhores condições para a etapa de preparo de amostra de suplemento vegetariano, no qual o melhor resultado apresentou boa solubilização da amostra, mostrando ser um procedimento simples, seguro e eficiente. O método também se mostrou exato e preciso para as análises dos elementos por F AAS, com resultados adequados para o objetivo proposto.

Os resultados obtidos corroboram com a importância na determinação de nutrientes em amostras alimentares, principalmente os suplementos, para que seja verificado se eles estão correspondentes com o rótulo e se estão fornecendo apenas quantidades que sejam suficientes para suprir possíveis deficiências e não ajudar a exceder dentro da alimentação.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOU-SAMRA, R. et al. Effect of different protein sources on satiation and short-term satiety when consumed as a starter. **Nutrition Journal**, 2011.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria da Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada n. 18 de 27 de abril de 2010. Dispõe sobre alimentos para atletas.

GOMES, R. M. L.; **Consumo de Suplementos Alimentares em Frequentadores de Ginásio na Cidade de Coimbra**. 2010. 70. Dissertação (Mestrado em Medicina do Desporto) - Faculdade de Medicina, Universidade de Coimbra.

JESUS, E. V. DE; SILVA, M. D. D. B. DA. Suplemento Alimentar como recurso ergogênico por praticantes de musculação em academias. **Anais do III Encontro de Educação Física e Áreas Afins**, 2008

KINSELLA, J. E.; WHITEHEAD, D. M. Proteins in Whey: Chemical, Physical, and Functional Properties. **Advances in Food and Nutrition Research**, v. 33, n. C, p. 343–438, 1989.

LINHARES, T.; LIMA, R. Prevalência do uso de suplementos alimentares por praticantes de musculação nas academias de Campos dos Goytacazes/RJ, Brasil. **Vértices**, v. 8, n. 1, p. 101–122, 2006.

ORESTE, E. Q. et al. 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, 1 jul. 2013.