

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA POSTERIOR DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO TOTAL DE ELEMENTOS ESSENCIAIS E POTENCIALMENTE TÓXICOS EM PÊSSEGOS

LETÍCIA DE OLIVEIRA OLIZ¹; **ANA RENATA DA ROSA LOUZADA²**; **MARIANA ANTUNES VIEIRA³**

¹*Universidade Federal de Pelotas – leticia.oliz@hotmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas – louzada_renata@hotmail.com*

³*Universidade Federal de Pelotas – maryanavieira@hotmail.com*

1. INTRODUÇÃO

O pêssego é uma fruta de origem asiática, pertencente à família Rosaceae, muito apreciada pelo sabor, aroma e aparência. No contexto mundial, o pêssego é comercializado majoritariamente como conserva, também sendo comercializado na forma *in natura*, em polpa congelada ou como suco. No Brasil, possui valor socioeconômico e cultural, principalmente no Rio Grande do Sul, que devido ao clima frio, é o principal produtor nacional desse fruto (SEIXAS, 2011). A região da Zona Sul destaca-se na produção, especialmente o município de Pelotas, representando cerca de 95% do pêssego que é destinado à indústria de conservas (EMBRAPA, 2018).

Estudos demonstraram que o pêssego apresenta atividade antioxidante e elevado conteúdo de polifenóis, o que confere a essa fruta efeitos positivos à saúde. O consumo de pêssegos frescos reduz o conteúdo de colesterol no sangue, estimula a secreção gástrica, facilita a digestão, sendo indicado para o controle de doenças infecciosas agudas, pressão arterial e arteriosclerose (GASPAROTTO et al., 2014; NORATTO et al., 2014).

O pêssego está entre as principais frutas em relação ao sabor e composição química complexa, compreendendo entre 10-21,5% de matéria seca, 5-12% de açúcar total, 0,4-1,3% de proteína, 0,2-0,7% de pectina, 0,6-0,86% de minerais (K, P, Mg, Ca, Na, Mn, Fe, Cu, Zn) e vitaminas (C, B1, B2, B6, E), destacando-se pelos elevados teores de potássio e vitamina C (IORDANESCU et al., 2015). Assim, o conhecimento da composição mineral desta fruta é de fundamental importância para avaliar seu potencial nutritivo e o teor de elementos tóxicos, oriundos de fontes naturais e/ou antropogênicas (HAMMERSCHMITT et al., 2019).

O sucesso da quantificação dos minerais de interesse está diretamente relacionado à etapa de preparo da amostra, que envolve operações físicas e químicas que visam convertê-la em uma forma adequada para a introdução no instrumento de medida (KRUG et al., 2016). Nesse contexto, o objetivo do presente estudo é apresentar os resultados preliminares relativos à avaliação da eficiência da decomposição ácida com sistema de refluxo como método de preparo para as amostras de pêssego, avaliando parâmetros como massa de amostra, tempo e temperatura de decomposição, volume de ácido e de peróxido de hidrogênio, bem como os parâmetros físico-químicos (teor de umidade, acidez remanescente e porcentagem de sólidos totais dissolvidos) para posterior determinação da concentração total de elementos essenciais e potencialmente tóxicos em pêssegos pela técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES). Para as determinações, amostras provenientes de três cultivares de pêssego (Douradão 1, Turmalina e BR 3) foram adquiridas na EMBRAPA clima temperado e um cultivar adquirido no comércio local (Libra).

2. METODOLOGIA

Todas as amostras foram lavadas com água deionizada, homogeneizadas num *mixer* e armazenadas em recipientes de plástico para congelamento em freezer doméstico. Inicialmente, foi determinado o teor de umidade, pesando-se 5,0 g da amostra de polpa de pêssego com casca em bêquer previamente seco, conduzindo-as à estufa para secagem durante 3 h a 105°C. Após o resfriamento em dessecador, nova pesagem foi realizada, repetindo-se a operação até peso constante (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

A otimização do método de decomposição ácida em sistema de refluxo com dedo frio foi realizada avaliando inicialmente o efeito da diluição do ácido nítrico na capacidade de digestão de 500 mg de amostra seca de polpa de pêssego à 200°C por 2 h, na presença de 5 mL de HNO₃ concentrado e utilizando-se diluições contendo 1; 2,5; 3 e 4 mL de HNO₃, avolumando para 5,0 mL com água bidestilada. Na sequência, foi avaliado o efeito da massa da amostra (500, 750 e 1000 mg) usando a amostra seca de polpa de pêssego com casca, à 150°C por 2, 3 e 4 h, utilizando ácido diluído na proporção de 3 mL de HNO₃ concentrado para 2,0 mL de água bidestilada. Os efeitos da temperatura e do tempo de decomposição foram avaliados com testes simultâneos de digestão no bloco, para amostras contendo 500 mg de massa seca, durante 2, 3 e 4 h, nas temperaturas de 120, 150 e 180°C utilizando 3,0 mL de HNO₃ concentrado e 2,0 mL de água bidestilada.

A fim de aumentar a eficiência da decomposição, foi adicionado peróxido de hidrogênio (H₂O₂), que atua como um oxidante auxiliar da matéria orgânica (KRUG et al., 2016). A otimização do volume de H₂O₂ foi realizada ao final da decomposição ácida de 500 mg de amostra seca de pêssego com casca, por 3 h a 135°C, adicionando 1, 2, 3 e 4 mL de H₂O₂ aos tubos de digestão e permanecendo por mais 1 h de digestão, à 120°C.

A acidez remanescente foi determinada titulando-se 500 µL de amostra digerida, na presença de 2 gotas de fenolftaleína e 25,0 mL de água deionizada com solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹, previamente padronizado. A porcentagem de sólidos totais dissolvidos foi determinada pesando-se 5,0 mL de amostra digerida em bêquer, previamente seco em estufa durante 1 h a 180°C. Em seguida, os bêqueres foram colocados na chapa de aquecimento, dentro de uma capela, a 150°C para evaporação total do líquido. Logo após foram transferidos para a estufa a 180°C por 1 h, resfriados em dessecador até a temperatura ambiente e pesados, repetindo-se o procedimento até peso constante (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A determinação do teor de umidade possibilita a remoção da água e de outros resíduos que possam ser volatilizados, assim, através deste parâmetro consegue-se estabelecer a quantidade de amostra seca que será utilizada na metodologia (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). Dessa forma, os teores de umidade obtidos para os cultivares Libra, Douradão 1, Turmalina e BR 3 foram, respectivamente: 89,9%, 89,3%, 86,7% e 85,0%. Segundo a Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO), a umidade do pêssego *in natura* é de 89,3%, desse modo, os resultados obtidos apresentam-se relativamente proporcionais.

O fabricante do espectrômetro de MIP OES, visando uma maior durabilidade da tocha e melhor reproduzibilidade das medidas instrumentais, estabelece os limites de 5,0% (v/v) para acidez remanescente e de 3,0% (m/v) para sólidos dissolvidos.

Além disso, um teor de acidez remanescente menor que 5,0% é um parâmetro importante para verificar se a decomposição da matriz orgânica foi eficiente (LEÃO et al., 2018). Desse modo, foram avaliados os efeitos da diluição do ácido nítrico na capacidade de digestão de 500 mg de amostra seca de polpa de pêssego, do cultivar Libra, observando-se que acima de 3 mL de HNO₃, a acidez remanescente ultrapassou o teor de 5,0%. Por conta disso, adotou-se uma diluição de 3,0 mL de HNO₃ para 2,0 mL de H₂O.

O estudo da decomposição ácida em diferentes massas de amostra baseou-se no princípio de que, quanto maior for a massa, melhores serão os resultados, favorecendo a obtenção de melhores limites de detecção. Assim, os teores de sólidos dissolvidos aumentaram com o aumento da massa da amostra, no entanto mantiveram-se abaixo do limite de 3,0%. Em relação à acidez, no geral, ocorreu diminuição com o aumento da massa. Porém, foram observadas digestões incompletas e perdas nas paredes dos tubos de digestão para massas de 750 e 1000 mg. Isso se deve ao fato do pêssego apresentar cerca de 89 % de umidade, o que implicou em pesagens de elevadas massas de amostra úmida (4,7; 7,0 e 9,3 g), inviabilizando o uso de massas maiores e optando-se por 500 mg de amostra seca.

A acidez residual foi menor que 4,5% a 120°C e maior que 4,5%, nas temperaturas de 150°C e 180°C. O teor de sólidos se manteve praticamente semelhante nas temperaturas de 150°C e 180°C (< que 0,5%), sendo que os menores valores encontrados foram a 120°C (0,12-0,17%). Constatando-se que o uso de temperaturas maiores não reduziu os parâmetros de sólidos totais dissolvidos e acidez, em função das amostras apresentarem elevada umidade. Isso pode ser explicado pela formação de uma mistura azeotrópica entre o HNO₃ e a água, fazendo com que o ácido fique mais tempo evaporando e condensando, do que efetivamente reagindo com a amostra. Em virtude disso, optou-se pelo uso de uma temperatura de 135°C, visto que se faz necessário temperaturas maiores que o ponto de ebulição do azeótropo do HNO₃ formado com água (120°C) para possibilitar maior eficiência nas quebras das ligações carbono-carbono das moléculas orgânicas (KRUG et al., 2016). O teor de sólidos apresentou uma leve diminuição com o aumento do tempo, não tendo variações significativas entre 3 e 4 h. Contudo, os resultados de acidez em função do tempo oscilaram. Assim, foi aplicada uma correlação linear entre o teor de sólidos e massas (500, 750, 1000 mg), para 3 e 4 h de digestão a 120°C, observando-se que para 3 h uma melhor correlação linear ($r = 0,993$) foi obtida do que para 4 h ($r = 0,956$), optando-se por 3 h de digestão. Foi fixado um volume de H₂O₂ igual a 2,0 mL, visto que as menores porcentagens de sólidos totais foram obtidas com esse volume (0,056 %) e a acidez permaneceu constante e igual a 4,34% para todos os volumes de H₂O₂.

4. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos foi possível estabelecer as melhores condições de trabalho para a decomposição ácida com sistema de refluxo de amostras de pêssego. Dando continuidade ao trabalho, serão realizadas as determinações da concentração total de elementos essenciais e potencialmente tóxicos contidos nesta fruta pela técnica de MIP OES.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BETEMPS, C. **Produtores da Serra Gaúcha ganham sistema de monitoramento de pragas.** Embrapa Clima Temperado, Brasília, 23 jan. 2018. Acessado em 04 set. 2019. Online. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/noticia/31434740/produtores-da-serra-gaucha-ganham-sistema-de-monitoramento-de-pragas>>.

GASPAROTTO, J.; SOMENSI, N.; BORTOLIN, R. C.; GIRARDI, C. S.; KUNZLER, A.; RABELO, T. K.; SCHONORR, C. E.; MORESCO, K. S.; BASSANI, V. L.; YATSU, F. K. J.; VIZZOTTO, M.; RASEIRA, M. C. B.; ZANOTTO-FILHO, A.; MOREIRA, J. C. F.; GELAIN, D. P. Preventive supplementation with fresh and preserved peach attenuates CCl₄-induced oxidative stress, inflammation and tissue damage. **Journal of Nutritional Biochemistry**, v. 25, n. 12, p. 1282-1295, 2014.

HAMMERSCHMITT, R. K.; TIECHER, T. L.; FACCO, D. B.; SILVA, L. O. S.; SCHWALBERT, R.; DRESCHER, G. L.; TRENTIN, E.; SOMAVILLA, S. M.; KULMANN, M. S. S.; SILVA, I. C. B.; TAROUCO, C. P.; NICOLOSO, F. T.; TIECHER, T.; MAYER, N. A.; KRUG, A. V.; BRUNETTO, V. Copper and zinc distribution and toxicity in 'Jade' / 'Genovesa' young peach tree. **Scientia Horticulturae**, v. 259, 2019.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** 4 ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. Cap. IV, 83-160 p.

IORDANESCU, O. A.; ALEXA, E.; RADULOV, I.; COSTEA, A.; DOBREI, A.; DOBREI, A. Minerals and Amino Acids in Peach (*Prunus persica* L.) Cultivars and Hybrids Belonging to World Germoplasm Collection in the Conditions of West Romania. **Agriculture and Agricultural Science Procedia**, v. 6, p. 145-150, 2015.

KRUG, F. J.; NÓBREGA, J. A.; GUERRA, M. B. B.; ROCHA, F. R. P.; MATIAS, T. B. **Métodos de preparo de amostras para análise elementar.** São Paulo: Editora SBQ, 2016. 572 p.

LEÃO, P. R. P.; MEDINA, A. L.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S. Decomposição de amostras de cerveja com sistema de refluxo para determinação monoelementar por FAAS/AES e determinação multielementar por MIP OES. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, p. 01-11, 2018.

NORATTO, G.; PORTER, W.; BYRNE, D.; CISNEROS-ZEVALLOS, L. Polyphenolics from peach (*Prunus persica* var. Rich Lady) inhibit tumor growth and metastasis of MDA-MB-435 breast cancer cells in vivo. **Journal of Nutritional Biochemistry**, v. 25, n. 7, p. 796-800, 2014.

SEIXAS, R. H. M. **Avaliação da Qualidade de Pêssego em Calda de Marcas Nacionais "Tipo Especial" e Importadas, das Safras 1999/2000 e 2010/2011.** 2011. 112 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia Agroindustrial) – Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial, Universidade Federal de Pelotas.

TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos.** Campinas, 2011. 4 ed. Disponível em: <http://www.cfn.org.br/wp-content/uploads/2017/03/taco_4_edicao_ampliada_e_revisada.pdf>. Acessado em 04 set. 2019.