



DETERMINAÇÃO DE METAIS EM CHIA (*SALVIA HISPANICA* L.) POR ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA COM PLASMA INDUZIDO POR MICRO-ONDAS (MIP OES)

KAIANE DE QUEVEDO RIBEIRO¹; CAROLINE DUTRA CLASEN²;
SANDY ARAUJO SILVA²; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO²,
MARIANA ANTUNES VIEIRA³

¹Universidade Federal de Pelotas – kaianeqr@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – caroline_dutra@hotmail.com; sandyaraujo23@hotmail.com;
andersonsch@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – maryanavieira@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

A adesão às práticas alimentares saudáveis tornou-se uma importante recomendação de saúde global nas últimas décadas, devido às taxas crescentes de sobrepeso e obesidade e, conseqüentemente, doenças crônicas relacionadas à nutrição (por exemplo, doenças cardiovasculares e diabetes). A expressão “alimentação saudável” se refere basicamente a uma dieta com ingestão equilibrada e variada dos grupos de nutrientes essenciais ao bom funcionamento do organismo humano, como proteínas, fibras, gorduras, carboidratos, vitaminas e minerais (Kristensen et al., 2013; Guertin et al., 2020).

Nesse contexto, a chia (*Salvia hispanica* L.) tem se destacado no mercado de alimentos saudáveis, devido ao seu alto valor nutricional e potencial funcional. É muito consumida *in natura* e também aparece como insumo muito promissor para atender a demanda de produtos saudáveis (Fasolin et al., 2019; López et al., 2019).

O aumento do consumo de alimentos com propriedades funcionais sem a aprovação do rótulo pelo órgão de vigilância sanitária tem levado a preocupação pública, tornando-se necessário monitorar a qualidade desse tipo de produto para garantir o benefício de seu consumo (Siegrist et al., 2015; Sá et al., 2020).

A chia, está entre esses alimentos que muitas vezes apresentam pouca ou nenhuma informação em sua embalagem, com relação aos componentes nutricionais, como por exemplo, os minerais (Brito et al., 2017; López et al., 2018). Portanto, pesquisas relacionadas à sua composição mineral são de grande importância, de modo a fornecer mais informações sobre quais elementos estão presentes e em que quantidades, ampliando assim as informações nutricionais destes alimentos que estão com o seu consumo em ascensão.

Sendo assim, para garantir a segurança do consumidor existe a necessidade de se utilizar métodos analíticos que sejam sensíveis e que apresentem baixos custos operacionais, no intuito de facilitar a implementação em análises de rotina. O presente estudo tem como objetivo apresentar o desenvolvimento de um método analítico para a determinação da concentração total de Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg e Na em amostras de chia empregando a técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES).

2. METODOLOGIA

As amostras de chia utilizadas foram adquiridas no comércio de Pelotas-RS. Através de um método de otimização univariado, foram avaliados os



seguintes parâmetros para a decomposição: massa de amostra (mg); temperatura (°C); tempo (h) e volume de peróxido de hidrogênio (mL).

Primeiramente avaliou-se o efeito da variação da massa de amostra (250, 500 e 750mg), fixando o volume de 5 mL de HNO₃ 65% (v/v), o tempo (3h) e a temperatura (150°C). Posteriormente, fixada a massa de amostra, foi avaliada de forma concomitante, a influência do tempo (2, 3 e 4h) e da temperatura (150 e 200 °C) do bloco digestor, para decomposição em presença somente de ácido. Logo depois de fixados estes parâmetros, avaliou-se o volume de H₂O₂ 35% (v/v) (2, 3, 4 e 5 mL) necessário para uma decomposição mais eficiente, já que até esta etapa, as amostras apresentavam um grande residual de gordura. Nesta última etapa a temperatura foi reduzida para 120 °C, para evitar a possível perda de amostra, já que em temperaturas superiores, após a adição de H₂O₂, foi observada forte efervescência, principalmente para os volumes maiores.

O fabricante do espectrômetro MIP OES, estabelece limites de 5% (v/v) para o teor de acidez e de 3% (m/v) para o teor de sólidos totais dissolvidos, para as soluções que serão analisadas no equipamento, de modo a evitar depósitos, preservar a vida útil da tocha e garantir o bom funcionamento do plasma durante as medidas.

Desta forma, a cada etapa do processo de otimização a eficiência da decomposição ácida com sistema de refluxo e adequação das amostras às condições de trabalho estabelecidas para o MIP OES, foram avaliadas através dos teores de acidez e de sólidos totais dissolvidos, que foram determinados com os métodos descritos por Adolfo Lutz (IAL, 2008).

Para a decomposição ácida com sistema de refluxo, foi adicionado 750 mg de amostra diretamente no tubo de digestão e 5,0 mL de HNO₃ 65% (v/v). Logo após, foi acoplado o sistema de refluxo (com recirculação de água à 15 °C) e a mistura foi aquecida no bloco digestor a 150°C por 2h. Após esse tempo, adicionaram-se 2,0 mL de H₂O₂ 35% (v/v) e as soluções retornaram ao aquecimento por mais 1h à 120 °C. Por fim, foi adicionado mais 2 mL de H₂O₂ e a mistura foi aquecida novamente a 120 °C por mais 1h. A solução resultante foi avolumada a 50 mL com água deionizada. Antes das leituras no MIP OES, as soluções foram filtradas em papel filtro e diluídas 2,5 vezes com água deionizada. As amostras e os brancos foram preparados da mesma forma e em triplicata.

A fim de avaliar a exatidão do método desenvolvido para as sementes de chia, realizaram-se ensaios com adição de três diferentes concentrações do analito, baseadas na faixa linear de trabalho. Para os elementos que estão presentes em maior quantidade na amostra (Ca, Fe, K e Mg), adições de 0,5; 1,0 e 1,5 mg L⁻¹ foram realizadas e para os analitos que apresentaram baixa concentração (Al, Ba e Na), as adições foram de 0,25; 0,50 e 0,75 mg L⁻¹. Para a leitura no MIP OES, foi adotada uma acidez máxima das soluções finais de 2% (v/v), de modo a aumentar a vida útil da tocha, trabalhando com uma acidez inferior ao limite (5% v/v). Desta forma, para a leitura de todos os analitos foi necessário realizar alguma diluição e as adições foram multiplicadas pelo respectivo fator de diluição. Foram consideradas aceitáveis na comprovação da exatidão do método, recuperações na faixa de 80 a 120%.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Utilizando uma massa de 750 mg, decomposição por 2 h em presença de HNO₃ 65 % (v/v) a 150 °C e 2 adições de 2 mL H₂O₂ 35% (v/v), com posterior

aquecimento a 120°C por 1h, após cada adição, obteve-se um digerido límpido e dentro dos limites pré-estabelecidos para o MIP OES, com acidez de $5,09 \pm 0,10\%$ (v/v) e sólidos totais dissolvidos $1,05 \pm 0,04\%$ (m/v). As curvas de calibração obtidas apresentaram bons coeficientes de correlação linear ($R > 0,99$). Foram obtidos limites de quantificação $\leq 0,840 \text{ mg Kg}^{-1}$, sendo estes adequados aos objetivos do trabalho. As recuperações foram satisfatórias na faixa de 83 a 115%, demonstrando a boa exatidão do método.

Após estabelecidas as melhores condições de trabalho e avaliada a exatidão do método, foram determinadas as concentrações de Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg e Na, em 4 amostras de semente de chia de diferentes marcas. Os valores de desvio padrão relativo (RSD) foram inferiores a 7%, demonstrando uma boa precisão. Na Tabela 1 estão apresentados os resultados obtidos.

Tabela 1 - Concentração total dos analitos em amostras de chia de diferentes marcas (A, B, C e D) por MIP OES. (n=3)

Analito	Concentração, $\bar{x} \pm \text{SD}$, mg kg ⁻¹ (RSD, %)			
	A	B	C	D
Al	$9,41 \pm 0,58$ (6,2)	$36,11 \pm 0,96$ (2,7)	$35,55 \pm 0,97$ (2,7)	$8,56 \pm 0,20$ (2,3)
Ba	$31,10 \pm 1,93$ (6,2)	$36,09 \pm 2,54$ (7,0)	$25,02 \pm 0,07$ (0,3)	$42,18 \pm 1,92$ (4,6)
Ca	6527 ± 154 (2,4)	8385 ± 471 (5,6)	6378 ± 152 (2,4)	9540 ± 353 (3,7)
Fe	$80,79 \pm 0,80$ (1,0)	$99,41 \pm 0,94$ (0,9)	$71,97 \pm 0,05$ (0,1)	$78,32 \pm 1,65$ (2,1)
K	7143 ± 85 (1,2)	8069 ± 177 (2,2)	6944 ± 102 (1,5)	7059 ± 115 (1,6)
Mg	3759 ± 33 (0,9)	4841 ± 309 (6,4)	3848 ± 101 (2,6)	3430 ± 104 (3,0)
Na	$16,66 \pm 0,01$ (0,1)	$53,31 \pm 3,32$ (6,2)	$44,16 \pm 2,50$ (5,7)	$72,15 \pm 4,81$ (6,7)

\bar{x} = média; SD: desvio padrão; RSD: desvio padrão relativo.

Conforme pode ser observado na Tabela 1, foi verificada variações nas concentrações quando comparadas as amostras de diferentes marcas. Essas variações podem ser atribuídas à forma de cultivo da planta ou características do solo dependendo da região onde foram plantadas. As amostras de semente de chia utilizadas neste estudo são provenientes de diferentes localidades: (A) São Paulo; (C) Paraná; (B e D) Rio Grande do Sul. Posteriormente, será aplicado um teste estatístico para avaliação dessas diferenças.

4. CONCLUSÕES

O método proposto para a determinação de Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg e Na em amostras de chia, mostrou-se eficiente para quantificação total destes analitos, utilizando para o preparo das amostras um equipamento simples e de baixo custo,



podendo assim, ser adotado em laboratórios para análise de rotina. Por fim, é importante mencionar que o estudo será continuado a fim de avaliar também a fração bioacessível destes elementos.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRITO, A. L. B.; OLIVEIRA, A. F.; NOGUEIRA, A. R. A.; PESSOA, A. G. G.; PONTES, L. F. B. L. Determination of inorganic constituents and physicochemical characterization of functional flour samples. **Microchemical Journal**, v. 132, p. 112-118, 2017.

FASOLIN, L. H.; PEREIRA, R. N.; PINHEIRO, A. C.; MARTINS, J. T.; ANDRADE, C. C. P.; RAMOS, O. L.; A. A. VICENTE, A. A. Emergent food proteins – Towards sustainability, health and innovation. **Food Research International**, v. 125, e108586, 2019.

GUERTIN, C.; PELLETIER, L.; POPE, P. The validation of the Healthy and Unhealthy Eating Behavior Scale (HUEBS): Examining the interplay between stages of change and motivation and their association with healthy and unhealthy eating behaviors and physical health. **Appetite**, v. 144, e104487, 2020.

IAL. Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4ª ed., São Paulo, 2008, 1020 p.

KRISTENSEN, D. B.; ASKEGAARD, S.; JEPPESEN, L. H. If it makes you feel good it must be right': embodiment strategies for healthy eating and risk management. **Journal Consumer Behaviour**, v.12, p. 243-252, 2013.

LÓPEZ, D. N.; GALANTE, M.; ROBSON, M.; BOERIS, V.; SPELZINI, D. Amaranth, quinoa and chia protein isolates: Physicochemical and structural properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 109, p. 152–159, 2018.

LÓPEZ, D. N.; GALANTE, M.; RAIMUNDO, G.; SPELZINI, D.; BOERIS, V. Functional properties of amaranth, quinoa and chia proteins and the biological activities of their hydrolyzates. **Food Research International**, v. 116, p. 419-429, 2019.

SÁ, A. G. A.; MORENO, Y. M. F.; CARCIOFI, B. A. M. Plant proteins as high-quality nutritional source for human diet. **Trends in Food Science & Technology**, v. 97, p. 170–184, 2020.

SIEGRIST, M.; SHI, J.; GIUSTO, A.; HARTMANN, C. Worlds apart. Consumer acceptance of functional foods and beverages in Germany and China. **Appetite**, v. 92, p. 87-93, 2015.