



DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA ANÁLISE DE CARNES POR MIP OES

EDUARDO GRILL DA SILVA CARVALHO¹; DAISA HAKBART BONEMANN²;
SABRINA HÄRTER SCHERDIEN²; CHARLIE GUIMARÃES GOMES² ANDERSON
SCHWINGEL RIBEIRO³

¹Universidade Federal de Pelotas, Bacharelado em Química – edu.edu.9@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – daisa_bonemann@yahoo.com.br;
sabrinasherdien@gmail.com; charlieggomesii@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

A carne faz parte de uma dieta balanceada, contribuindo com nutrientes benéficos para a saúde humana. É uma das principais fontes de proteínas, vitaminas (B11 e B12) e minerais (Ca, Co, Fe, Mo, P, Se e Zn), os quais são extremamente importantes para o crescimento, desenvolvimento e manutenção do organismo humano (DE OLIVEIRA et al., 2017; HIGUERA et al., 2020).

No entanto, os valores nutricionais da carne estão diretamente relacionados ao tipo de carne, raça do animal, dieta do animal e do modo de criação. Além disso, tipo de corte e o processamento da carne também estão relacionados a disponibilidade dos nutrientes (CABRERA et al., 2010; MENEZES et al., 2018). Garantir a segurança desses alimentos durante todas as etapas de criação até o abate é de grande importância, uma vez que a carne também pode conter elementos potencialmente tóxicos, como por exemplo, o Ba, Cd, Cr, Hg e Pb, os quais podem vir do processo de transporte, por meio do uso da embalagem, do processo de preparação e da produção (SÁ et al., 2020).

Sendo assim, fica evidente a necessidade do desenvolvimento de um método analítico seguro para o controle de elementos essenciais e potencialmente tóxicos em amostras de carne, a fim de quantificar esses elementos e garantir uma maior segurança ao consumidor. Para isso, é necessário que a amostra passe por uma etapa de preparo, a qual é a mais importante de toda a sequência analítica até a obtenção dos resultados das concentrações, uma vez que não existe um procedimento universal que possa ser usado em amostras de diferentes composições. Assim, é típico da área de química analítica realizar estudos sequenciais sobre métodos de preparação de amostras, a fim de expandir sua capacidade de trabalho (ORESTE et al. 2013; PINTO et al., 2019).

Dentre as técnicas para quantificação, a espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) fornece análise de múltiplos elementos em medições sequenciais. Pode-se destacar pelo baixo custo operacional, visto que o plasma é mantido por meio de nitrogênio retirado do ar atmosférico, além de apresentar limites de detecção intermediários entre a técnica de espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) e a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) (SOUZA et al. 2019; PINTO et al., 2019).

Diante do exposto, o presente trabalho tem por objetivo a utilização do planejamento composto central rotacional para o desenvolvimento de um método analítico de preparo de amostras para carnes utilizando a decomposição ácida e



posterior determinação de elementos essenciais e potencialmente tóxicos por MIP OES.

2. METODOLOGIA

Para o processo de decomposição ácida, foi adquirida uma amostra de carne ovina no comércio local de Pelotas – RS, na forma resfriada e levada até o laboratório para trituração e homogeneização da mesma. Após a amostra foi colocada em frascos de polipropileno e congelada a $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ até o momento do preparo. Ao considerar as condições para um processo de decomposição é preciso avaliar a temperatura, o tempo de aquecimento e os reagentes a serem utilizados.

Sendo assim, a otimização do procedimento de decomposição ácida com sistema de refluxo, descrito por ORESTE et al. (2013), foi realizada através de um delineamento composto central rotacional (DCCR) 2^4 com 6 pontos axiais e 4 pontos centrais. As seguintes variáveis independentes foram consideradas: massa (1.000 a 2.000 mg); tempo (60 a 300 min); temperatura (80 a $220\text{ }^{\circ}\text{C}$) e volume de peróxido (1 a 5 mL). Já o volume de HNO_3 foi fixado em 5 mL. Foram avaliadas as respostas de intensidade para os elementos Ba, Ca, Cu e Mg utilizando o MIP OES e para a análise dos dados foi utilizado o *software* Statistica 7.0.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

De modo a estabelecer as melhores condições de decomposição ácida com sistema de refluxo foram obtidos os resultados de intensidades para cada variável e os gráficos de superfície de resposta para Ba, Ca, Cu e Mg, os quais estão apresentados na Figura 1.

Com os gráficos de superfície de resposta foi possível observar que para o Ba e Mg a interação entre a temperatura e a massa de amostra foram estatisticamente significativas. Para o Ca o tempo foi significativo e para o Cu o volume de H_2O_2 foi significativo. Sendo assim, foi possível observar que as maiores intensidades foram obtidas nas seguintes condições: 2.000 mg de amostra para todos os elementos; temperatura de decomposição de $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ para Ba e Mg; tempo de 180 min para Ca e volume de H_2O_2 de 5 mL para o Cu.

A seleção de condições experimentais adequadas é decisiva para que um processo de decomposição de amostras seja eficiente (KRUG & ROCHA, 2016). Comumente, o tempo de aquecimento é um parâmetro menos crítico que a temperatura de decomposição. O tempo deve ser suficiente para que toda a massa de amostra seja decomposta com eficiência. Entretanto, se a temperatura utilizada não for suficiente para que as energias de ativação dos processos químicos sejam superadas, as reações químicas envolvidas na quebra de ligações químicas não acontecerão (GOUVEIA et al., 2001). Neste trabalho foi possível observar que em tempos menores de 180 min não houve uma decomposição completa da amostra. Já em relação a temperatura, a ideal estatisticamente foi de $120\text{ }^{\circ}\text{C}$, assegurando também o ponto de ebulição do ácido nítrico em solução, que é de $120,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ e garantindo a quebra das ligações entre os analitos, proteínas e lipídeos (KRUG & ROCHA 2016).

As próximas etapas para avaliar as melhores condições são a determinação do carbono residual, da análise de materiais de referência certificados (CRM) e do teste de adição de analito. No entanto, estes ainda não foram realizados, uma vez que as atividades presenciais foram suspensas na UFPel. Sendo assim, foi possível

até o presente momento a minha participação no desenvolvimento do método de decomposição e análise das melhores condições.

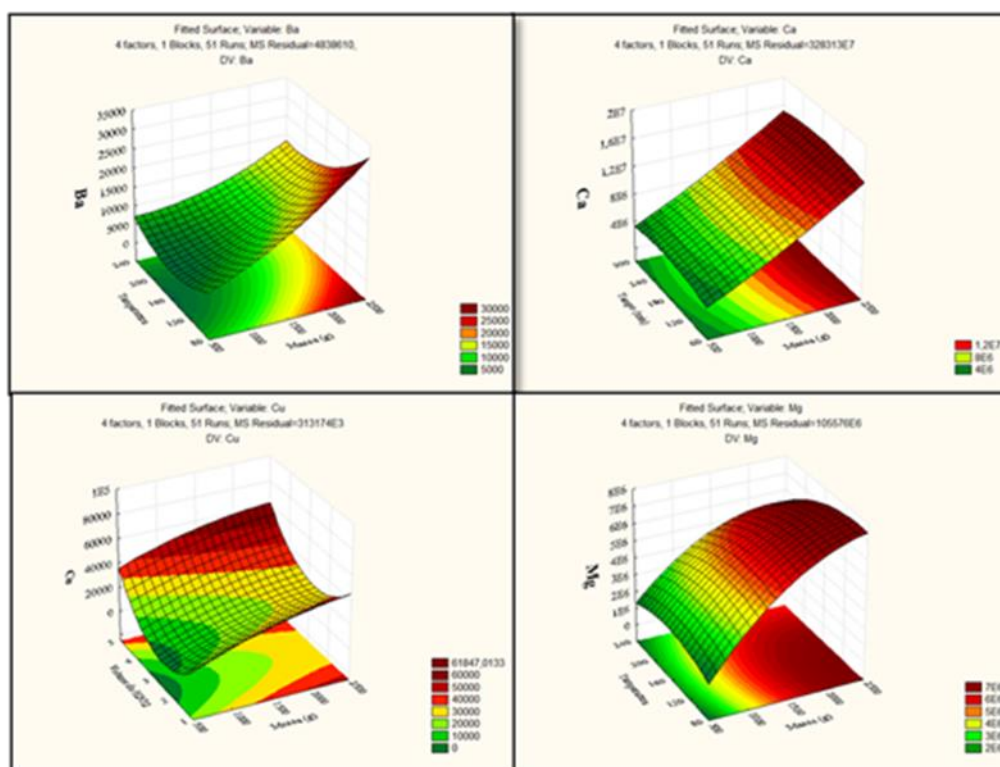


Figura 1 – Superfícies de respostas para o Ba (temperatura *versus* massa); Ca (tempo *versus* massa); Cu (massa *versus* volume de H₂O₂); Mg (temperatura *versus* massa).

4. CONCLUSÕES

A avaliação da composição elementar dos alimentos é extremamente importante para estimar a adequação do consumo de elementos essenciais e analisar os riscos de exposição pela ingestão de elementos tóxicos. Desta forma, é de extrema importância o desenvolvimento de métodos analíticos, capazes de atender as necessidades atuais, através da facilidade da etapa mais crítica de uma análise, o preparo da amostra.

O DCCR é um procedimento rápido e eficiente para auxiliar na escolha das melhores condições do preparo das amostras. Através dele, foi possível obter uma mesma condição de preparo, a qual deverá ser aplicada para diferentes amostras de carnes ovinas com o intuito de comparar raças, cortes e tipos de criação.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CABRERA, M. C.; RAMOS, A.; SAADOUN, A.; BRITO, G. Selenium, copper, zinc, iron and manganese content of seven meat cuts from Hereford and Braford steers fed pasture in Uruguay. **Meat Science**, v. 84, p. 518–528, 2010.



DE OLIVEIRA, T. L.; DE OLIVEIRA, A. P.; VILLA, R. D. Solid-liquid extraction as a clean sample preparation procedure for determination of Na and K in meat products. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 62, p. 164-167, 2017.

GOUVEIA, S. T.; SILVA, F. V.; COSTA, L. M.; NOGUEIRA, A. R. A.; NÓBREGA, J. A. Determination of residual carbon by inductively-coupled plasma optical emission spectrometry with axial and radial view configurations. **Analytica Chimica Acta**, v. 44S, p. 269-275, 2001.

HIGUERA, J. M.; SILVA, A. B. S.; OLIVEIRA, A. F.; NOGUEIRA, A. R. A. Multi-elemental determination in meat samples using multi-isotope calibration strategy by ICP-MS. **Food Chemistry**, v. 303, p. 125395, 2020.

KRUG, F. J.; ROCHA, F. R. P. **Métodos de Preparo de Amostras para Análise Elementar**. São Paulo: EditSBQ, 2016. 572 p.

MENEZES, E. A.; OLIVEIRA, A. F.; FRANÇA, C. J.; SOUZA, G. B.; NOGUEIRA, A. R. A. Bioaccessibility of Ca, Cu, Fe, Mg, Zn, and crude protein in beef, pork and chicken after thermal processing. **Food Chemistry**, v. 240, p. 75-83, 2018.

ORESTE, E. Q.; OLIVEIRA, R. M.; NUNES, A. 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.

PINTO, A. M.; BOEIRA, A. C.; LISBOA, M.; MEDINA, A.; RIBEIRO, A. S.; VIEIRA, M. A. Development of an Analytical Method for the Determination of Metals in Chicken Breast by Microwave Induced Plasma Optical Emission Spectrometry (MIP-OES). **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 30, p. 2395-2403, 2019.

SÁ, I. P.; HIGUERA, J. M.; COSTA, V. C.; COSTA, J. A. S.; SILVA, C. M. P.; NOGUEIRA, A. R. A. N. Determination of Trace Elements in Meat and Fish Samples by MIP OES Using Solid-Phase Extraction. **Food Analytical Methods**, v. 13, p. 238-248, 2020.

SOUZA, A. O.; PEREIRA, C. C.; HELING, A. I.; ORESTE, E. Q.; CADORE, S.; RIBEIRO, A. S.; VIEIRA, M. A. Determination of total concentration and bioaccessible fraction of metals in infant cereals by MIP OES. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 77, p. 60-65, 2019.