

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA A DETERMINAÇÃO DE METAIS EM AMOSTRAS DE SOJA POR MIP OES

EMANOELLI RESTANE LOPES; DAISA HAKBART BONEMANN²;
ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO³; ADRIANE MEDEIROS NUNES³

¹Universidade Federal de Pelotas – emanoellilopes@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – daisa_bonemann@yahoo.com.br

³Universidade Federal de Pelotas – andersonsch@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – adriane.mn@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

A soja é um produto de grande importância econômica para o país, sendo um dos principais commodities brasileiro, visto que, atualmente o Brasil está classificado como o principal produtor e exportador de soja no mundo (IPEA; FIESP 2020). A grande utilização desse produto se deve a sua versatilidade para ser utilizada na alimentação humana e animal, como por exemplo, na produção de ração animal, óleo de soja e como fonte de proteína vegetal (HARTMAN et al, 2011).

E em razão da crescente preocupação da sociedade por uma alimentação mais saudável, visando à ingestão de alimentos que sejam bons fornecedores de proteína, o consumo de soja in natura está aumentando, já que a soja é uma excelente fonte de proteína vegetal com capacidade de diminuir a carência de proteína das dietas como um todo e principalmente das dietas veganas e vegetarianas, as quais têm cada vez mais adeptos nos últimos anos (DALTO, 2017).

Apesar de ser mais conhecida por sua capacidade de fornecimento de proteínas ou lipídios, a soja possui uma matriz complexa com cerca de, 11% de umidade, 38% de proteínas, 19% de lipídios, 27% de carboidratos e 5% de minerais, podendo assim ser uma importante fonte de minerais para a alimentação humana. Por essa razão faz-se necessário realizar a caracterização elementar dos minerais essenciais presentes nessa amostra (FUNCIONAIS E NUTRACÊUTICOS, 2020).

Considerando a complexidade dessa matriz, a etapa de preparo das amostras para posterior análise apresenta-se como um grande desafio. Os métodos convencionais descritos na literatura para o preparo dessa amostra utilizam grandes volumes de ácidos oxidantes em sistema aberto, gerando uma grande quantidade de resíduo e sendo perigosos ao analista (MASSOCATO et al, 2013), em contra ponto a estes métodos clássicos está a digestão por micro-ondas (BARBOSA et al, 2015), que necessita de poucas quantidades de ácidos para a completa solubilização das amostras, reduzindo drasticamente a geração de resíduos, porém, o alto custo de aquisição do equipamento inviabiliza o seu uso para muitos grupos de pesquisa, desta forma, fica evidente a necessidade de desenvolver métodos alternativos para o preparo de amostras de soja.

O objetivo deste trabalho, portanto, baseia-se no desenvolvimento de um método analítico simples, seguro e de baixo custo. O sistema de decomposição proposto utilizará um sistema desenvolvido por Oreste e colaboradores (2013), os quais propuseram a inserção de um “dedo frio” dentro do tubo de digestão, com um novo design contendo um sistema de refluxo no processo (ORESTE, 2013). Após a etapa de decomposição das amostras, será realizada a determinação

elementar por espectrometria de emissão atômica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES).

2. METODOLOGIA

As amostras de soja utilizadas neste trabalho foram adquiridas no comércio local da cidade de Pelotas, posteriormente cada amostra foi moída com o auxílio de um moedor de alimentos, e peneirada, com peneira de 300 μ m, até completa homogeneização.

O preparo das amostras foi feito utilizando-se um procedimento de digestão ácida com refluxo, o qual foi baseado em um sistema proposto por nosso grupo de pesquisa. Neste sistema, a água é continuamente circulada dentro do dedo frio, com temperatura controlada através de um banho termostatizado, com o objetivo de promover o resfriamento da parte superior do tubo digestor, a fim de ajudar a recirculação dos ácidos dentro do tubo digestor e promover o refluxo. Este sistema é semifechado com uma tampa de PTFE, que contém uma ranhura para promover o alívio da pressão no interior do tubo.

A otimização do método proposto foi feita por meio de um estudo univariado, onde foram otimizadas as seguintes variáveis: massa da amostra (100 a 1000mg), diluição do HNO₃ (100, 80, 60, 50 e 40% de HNO₃), tempo (3, 4 e 5h), temperatura (130 e 150°C) e volume de H₂O₂ (adições de 4; 2 + 2; 2,5 + 2,5; 3 + 3mL). Após as decomposições das amostras foram avaliados a percentagem de acidez (% A) e a percentagem de sólidos totais dissolvidos (% STD) nas soluções resultantes, com o objetivo de avaliar a melhor condição de trabalho.

Com base nos resultados obtidos foi estabelecida uma condição de preparo das amostras de soja onde foram pesadas aproximadamente 750mg de amostra diretamente nos tubos digestores, juntamente com a amostra foram colocadas aproximadamente 10 pérolas de vidro em cada tubo, em seguida foram adicionados 3mL de HNO₃ e 2mL de H₂O. A seguir, o sistema de refluxo foi acoplado aos tubos de decomposição, e então os mesmos foram levados ao aquecimento no bloco digestor por 2h, a 150°C. Ao final de duas horas os tubos foram retirados do bloco digestor para resfriamento, e ao retornarem à temperatura ambiente foram adicionados 2,5mL de H₂O₂, após os tubos voltaram para o bloco digestor por mais 1h, a 120°C. Ao final desta etapa, os tubos foram retirados do aquecimento, e ao retornarem a temperatura ambiente, o processo foi repetido, e uma nova adição de 2,5mL de H₂O₂ foi feita, logo, os tubos foram levados novamente para o bloco digestor por mais 1h, a 120°C. Ao término da digestão, as soluções resultantes foram transferidas para frascos de PP (polipropileno), previamente descontaminados, e aferidas a 50mL com água deionizada, todos os ensaios foram realizados em triplicata.

Com o objetivo de verificar a exatidão do método proposto, este procedimento de preparo de amostras foi realizado para as amostras de soja fortificadas (com concentrações conhecidas dos elementos de interesse), bem como para as amostras não fortificadas, para que fosse possível a realização do estudo de adição e recuperação dos analitos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através da otimização da etapa de preparo das amostras, verificou-se uma queda acentuada na % A a medida que a massa de amostra aumentava, no

entanto, a % STD aumentou a partir de 750mg, sendo assim, a quantidade de amostra foi fixada em 750mg.

Quanto à diluição do HNO_3 , observou-se que o comportamento da porcentagem de acidez e de sólidos totais dissolvidos foi o oposto, quanto maior a % A, menor a % STD, logo, foi escolhida a condição de diluição de 60% de HNO_3 que se apresentou como satisfatória tanto pra a % A quanto para a % STD.

A temperatura de trabalho foi fixada em 150°C , visto que para ambas condições em estudo (130 e 150°C) não houve variações expressivas de % A e % STD, porém, visualmente as soluções resultantes dos ensaios com temperatura de 150°C foram mais límpidas.

O H_2O_2 tem a função de regenerar o HNO_3 durante a reação de digestão ácida, aumentando a eficiência da etapa de decomposição sem gerar resíduos (MIRANDA, 2014). Por essa razão, foram testados adições de diferentes volumes de H_2O_2 ao meio reacional, e verificou-se que a adição de $2,5 + 2,5$ mL de H_2O_2 foi a mais adequada em % A e % STD, além de visualmente ter a solução resultante mais límpida.

Por fim, o tempo de digestão foi fixado em 4h, pois quando comparadas as soluções resultantes deste tempo com as do tempo de 5h não foram observadas diferenças visuais. O tempo de 3h foi descartado, pois as soluções resultantes foram turvas e com presença de gordura suspensa, o que comprova a ineficiência da etapa de decomposição com este tempo de digestão.

Posteriormente, foram determinados os elementos Al, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni e Zn, por MIP OES. Testes para avaliar a exatidão através da adição e recuperação de analito foram realizados, e os resultados variaram entre 81 e 118% de recuperação, comprovando a exatidão do método proposto. Os valores de RSD encontrados foram menores que 10% indicando a precisão do método.

O método proposto utiliza ácido nítrico diluído e H_2O_2 como meio reacional, que o torna a condição de trabalho mais segura ao analista e promove a diminuição da acidez residual.

4. CONCLUSÕES

O emprego da decomposição ácida com sistema de refluxo como método de preparo de amostra de soja, para posterior determinação de metais mostrou-se adequado para a determinação de Al, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni e Zn por MIP OES.

A metodologia proposta apresenta-se como uma alternativa promissora ao controle de metais em amostras de soja, podendo ser utilizada em análise de rotina, já que possibilita uma análise segura, aliada à versatilidade de uma técnica multielementar e de baixo custo, o que irá contribuir de forma significativa a uma melhor caracterização destas amostras.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARBOSA, J. T. P. et al. Microwave-assisted diluted acid digestion for trace elements analysis of edible soybean products. **Food Chemistry**, n. 175, p. 212 - 217, 2015.

DALTO, P. **Versatilidade do uso da soja na alimentação brasileira.** 26 Jun. 2017. Monografia (Graduação em tecnologia em gastronomia) - Instituto Federal de Educação.

HARTMAN, G. L. et al. Crops that feed the World 2. Soy bean world wide production, use, and constraints caused by pathogens and pests. **Food Security**, Beltsville, v. 3, p. 5-17, 2011.

IPEA. Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada. **Sete commodities concentram 50% das exportações.** Acessado em 29 set. 2020. Online. Disponível em: https://www.ipea.gov.br/portal/index.php?option=com_content&view=article&id=34576

FIESP. **Boletim informativo: Safra Mundial de Soja 2019/20 - 2º Levantamento do USDA.** Acessado em 29 set. 2020. Online. Disponível em: <http://www.fiesp.com.br/indices-pesquisas-e-publicacoes/safra-mundial-de-soja/>

FUNCAIONAIS E NUTRACÊUTICOS. **A soja: história, tendências e virtudes.** Acessado em 29 set. 2020. Online. Disponível em: <https://www.agrolink.com.br/downloads/soja%20-%20hist%C3%B3ria%20-%20tend%C3%Aancias%20e%20virtudes.pdf>

MASSOCATTO, C. L. et al. Quantificação de elementos potencialmente tóxicos presentes em diferentes cultivares de grãos de soja e milho comercializados na região Noroeste do Paraná. **Scientia Agraria Paranaensis - SAP.** v.12, n. 3, jul./set., p.182-192, 2013.

MIRANDA, K; et al. A new closed-vessel conductively heated digestion system: fostering plant analysis by inductively coupled plasma optical emission spectroscopy. **Journal of Analytical Atomic Spectrometry**, v.29, n.5, p.765 - 942, 2014.

ORESTE, E. Q.; JESUS, A.; OLIVEIRA, R. M.; SILVA, M. 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.