

## DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO ELEMENTAR EM GRÃOS DE AMARANTO POR MIP OES

KAIANE DE QUEVEDO RIBEIRO<sup>1</sup>; CAROLINE DUTRA CLASEN<sup>2</sup>;  
MARIANA ANTUNES VIEIRA<sup>2</sup>; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>2</sup>;  
MEIBEL TEIXEIRA LISBOA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [kaianeqr@gmail.com](mailto:kaianeqr@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [caroline\\_dutra@hotmail.com](mailto:caroline_dutra@hotmail.com); [maryanavieira@hotmail.com](mailto:maryanavieira@hotmail.com);  
[andersonsch@hotmail.com](mailto:andersonsch@hotmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – [meibellisboa@hotmail.com](mailto:meibellisboa@hotmail.com)

### 1. INTRODUÇÃO

As preocupações em relação à alimentação vêm se modificando com o passar do tempo, com um crescente interesse dos consumidores por alimentos saudáveis, com a função básica de nutrir e outros benefícios adicionais à saúde (HANSEN & THOMSEN, 2018). Um padrão alimentar inadequado pode contribuir para o desenvolvimento de doenças crônicas, como câncer, diabetes, hipertensão arterial e doenças cardiovasculares.

O pseudocereal amaranto (*Amaranthus*), de origem andina (ALVAREZ-JUBETE et al., 2010), está entre os alimentos que têm se destacado nesta nova tendência do mercado alimentício. O aproveitamento da planta é integral, as folhas podem ser utilizadas como saladas, concentrados proteicos, produtos instantâneos e alimentos infantis, e os talos como suplemento mineral e forragem. O valor nutritivo da proteína faz com que o grão seja aplicável tanto na fortificação de farinhas de trigo, milho e tubérculos, como na elaboração de produtos como sopas, confeitos, recheios, mingaus, pudins, pães, bolos, biscoitos, nuggets, entre outros, inclusive em bebidas semelhantes ao leite (AMAYA-FARFANA et al., 2005 e TAMSEN et al., 2018). Sua composição mineral corresponde de 3,2 a 3,9%, mas ainda são poucos os relatos na literatura sobre quais os minerais estão presentes neste alimento.

Desta forma, dados da composição de alimentos são importantes para estimar a adequação das ingestões de elementos essenciais e avaliar os riscos de exposição decorrentes, principalmente da ingestão de elementos potencialmente tóxicos, que podem ser provenientes de fatores naturais ou antropogênicos, como o uso de fertilizantes e agroquímicos durante o cultivo das plantas (LOO et al., 2017; HANSEN & THOMSEN, 2018 e KHANEGHAH et al., 2020).

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, com o 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 elementar em amostras de amaranto empregando a técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES).

### 2. METODOLOGIA

A amostra de amaranto utilizada foi adquirida 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, 750 e 1000mg), fixando o volume de 5 mL de HNO<sub>3</sub> 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 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% (v/v) (1, 2, 3 e 4mL) necessário para uma decomposição mais eficiente, já que até esta etapa, as amostras apresentavam um residual de gordura. Nesta última etapa a solução foi aquecida por mais 1h a 120 °C, a temperatura foi reduzida para evitar a possível perda de amostra, já que em temperaturas superiores, após a adição de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 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 das amostras, adicionaram-se 750 mg do grão diretamente nos tubos de digestão e 5 mL de HNO<sub>3</sub> 65 % (v/v). Em seguida, foi acoplado o sistema de refluxo aos tubos e a mistura foi aquecida a 150 °C durante 2h no bloco digestor. Após esse tempo, as soluções foram resfriadas a temperatura ambiente e então, fez-se a adição de 3 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Por fim, as soluções retornaram ao aquecimento por mais 1h a 120 °C. A solução resultante foi transferida de forma quantitativa para frascos volumétricos de polipropileno, após o seu resfriamento e avolumada a 50 mL com água deionizada. As amostras foram decompostas em triplicata e os brancos analíticos foram preparados da mesma maneira. Para as análises no MIP OES, as soluções foram filtradas em papel filtro e diluídas 2,5 vezes com água deionizada.

Posteriormente, será avaliada a exatidão do método que está sendo desenvolvido para amostras de grãos de amaranho, através da avaliação de CRM e ensaios de recuperação, e a eficiência da decomposição através da análise de carbono residual, para posterior determinação elementar em amostras de diferentes marcas.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O amaranho não se encontra na Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO). Desta forma, é importante que as tabelas sejam constantemente atualizadas e, para isto, faz-se necessário que trabalhos sejam gerados com este intuito (TACO, 2011).

No preparo de amostras, a determinação da umidade é importante para realização de ajustes nos cálculos de concentração dos analitos, quando as amostras apresentam grande quantidade de água. O teor de cinzas de um alimento também tem grande importância, pois as cinzas correspondem à fração inorgânica, que permanece após a queima da matéria orgânica, portanto, está relacionada à

quantidade de minerais presentes na amostra, mas não corresponde à composição mineral total, devido as possíveis perdas por volatilização (IAL, 2008).

Sendo assim, inicialmente foram determinados os teores de umidade e de cinzas na amostra de amaranto e os valores encontrados para estes parâmetros foram de 12,9% de umidade e 2,1% de cinzas. De acordo com o trabalho encontrado na literatura, a umidade do grão de amaranto pode variar de 9,2 a 13,7% (MARCÍLIO et al., 2003) e o teor de cinzas encontra-se entre 2,6 e 3,97% (MIRANDA-RAMOS et al., 2019). As variações podem ser devidas as diferentes composições do solo, da localização do cultivo, diferentes condições climáticas ou diferentes estágios de maturação dos grãos.

Depois de estabelecidas as melhores condições para o preparo da amostra, a solução final apresentou uma acidez de  $4,91 \pm 0,07\%$  (v/v) e  $0,35 \pm 0,003\%$  (m/v) de sólidos dissolvidos.

Até o presente momento, neste estudo, depois de estabelecidas as condições de preparo da amostra, foi realizada uma varredura no MIP OES, para a amostra de amaranto, de modo a verificar quais os analitos estão presentes, para posterior avaliação da exatidão com materiais de referência certificado e ensaios de recuperação, e determinação dos analitos em diferentes amostras. As curvas de calibração obtidas para varredura realizada nas amostras de amaranto apresentaram bons coeficientes de correlação linear ( $R > 0,99$ ). Foram obtidos limites de quantificação  $\leq 0,0367 \text{ mg L}^{-1}$ , sendo estes adequados ao objetivo do trabalho.

Tabela 1. Concentrações obtidas para os analitos encontrados na varredura realizada na amostra de amaranto utilizando o MIP OES e os seus respectivos limites de detecção e quantificação. (n=3)

Analito	Concentração, $\bar{X} \pm \text{SD}$ , $\text{mg L}^{-1}$ (RSD, %)		
	Amaranto	LD <sub>(i)</sub> ( $\text{mg L}^{-1}$ )	LQ <sub>(i)</sub> ( $\text{mg L}^{-1}$ )
Al	$0,070 \pm 0,001$ (1,4)	0,0007	0,0024
B	$0,127 \pm 0,003$ (2,4)	0,0014	0,0049
Ba	$0,080 \pm 0,001$ (1,3)	0,0001	0,0003
Ca	$17,74 \pm 0,46$ (2,6)	0,0005	0,0017
Cu	$0,060 \pm 0,001$ (1,7)	0,0032	0,0109
Fe	$0,947 \pm 0,03$ (3,2)	0,0012	0,0041
Hg	$0,440 \pm 0,02$ (4,5)	0,0110	0,0367
K	$62,27 \pm 1,70$ (2,7)	0,0046	0,0153
Mg	$25,70 \pm 0,61$ (2,4)	0,0003	0,0011
Mn	$0,350 \pm 0,001$ (0,3)	0,0002	0,0006
Na	$0,370 \pm 0,02$ (5,4)	0,0011	0,0038
Si	$0,467 \pm 0,01$ (2,1)	0,0022	0,0075
V	$0,202 \pm 0,003$ (1,5)	0,0108	0,0359
Zn	$0,320 \pm 0,02$ (6,3)	0,0085	0,0284

$\bar{X}$  = média; SD: desvio padrão; RSD: desvio padrão relativo; LD<sub>(i)</sub>: Limite de detecção instrumental; LQ<sub>(i)</sub>: Limite de quantificação instrumental.

#### 4. CONCLUSÕES

Conhecer a composição elementar dos alimentos é extremamente importante, para avaliar os riscos e benefícios que o consumo dos mesmos pode oferecer a saúde do consumidor. O método de decomposição ácida com sistema de refluxo,

utilizando apenas  $\text{HNO}_3$  e  $\text{H}_2\text{O}_2$ , proposto neste estudo, mostrou-se adequado para a avaliação da concentração total de vários analitos, na amostra de amaranto, utilizando a técnica de MIP OES. Posteriormente serão realizados outros estudos para comprovar a eficiência da decomposição da amostra e por final será realizada a determinação elementar em amostras de diferentes marcas.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

HANSEN, T.; THOMSEN, T. The Influence of Consumers' Interest in Healthy Eating, Definitions of Healthy Eating, and Personal Values on Perceived Dietary Quality. In: **Food Policy**. Vol. 80. p. 55-67, 2018.

JUBETE, L.A.; ARENDT, E.K.; GALLAGHER, E. Nutritive value of pseudocereals and their increasing use as functional gluten-free ingredients. **Trends in Food Science & Technology**, v. 21, n. 2, p. 103-113, 2010.

AMAYA-FARFAN, J.; MARCÍLIO, R.; SPEHAR, C. R. Deveria o Brasil investir em novos grãos para a sua alimentação? A proposta do amaranto (*Amaranthus SP*). **Segurança Alimentar e Nutricional**, Campinas, SP, v. 12, n. 1, p. 47-56, 2005.

TAMSEN, M.; SHEKARCHIZADEH, H.; SOLTANIZADEH, N. Evaluation of wheat flour substitution with amaranth flour on chicken nugget properties. **Food Science and Technology**, Isfahan, v. 91, p. 580-587, 2018.

LOO, E.J.V.; HOEFKENS, C.; VERBEKE, W. Healthy, sustainable and plant-based eating: Perceived (mis)match and involvement-based consumer segments as targets for future policy. **Food Policy**, Bélgica, v. 69, p. 46-57, 2017.

KHANEGHAH, A. M.; FAKHRI, Y.; NEMATOLLAHI, A.; PIRHADI, M. Potentially toxic elements (PTEs) in cereal-based foods: A systematic review and meta-analysis. **Trends in Food Science & Technology**, v.26, p. 30-44, 2020.

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

TACO. **Tabela brasileira de composição de alimentos**. 4ª. ed., Campinas: NEPA-UNICAMP, 2011. 161 p.

MARCÍLIO, R.; AMAYA-FARFAN, J.; CIACCO, C. F.; SPEHAR, C. R. Fractionation by milling of the Brazilian grain amaranth (*Amaranthus cruentus*). Compositional characteristics. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 23, p. 511-516, 2003.

MIRANDA-RAMOS, K. C.; SANZ-PONCE, N.; HAROS, C. M. Evaluation of technological and nutritional quality of bread enriched with amaranth flour. **Food Science and Technology**, v. 114, a. 108418, 2019.