

ESTUDOS DA DECOMPOSIÇÃO ÁCIDA EM SISTEMA FECHADO DE BAIXA PRESSÃO APLICADA EM SUPLEMENTOS PROTEICOS

JÉSSICA DA ROSA PORTO¹; YASMIN RIBEIRO BLOEDORN²; CHARLIE GUIMARÃES GOMES³; DAISA HAKBART BONEMANN⁴; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO⁵

¹Universidade Federal de Pelotas – jporto8.jp@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – yasminbloedorn@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – charliegomesii@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – daisa_bonemann@yahoo.com.br

⁵Universidade Federal de Pelotas – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

As proteínas são compostos indispensáveis na dieta humana, pois estão presentes em praticamente todos os processos que ocorrem no organismo, além de serem fundamentais para o desempenho normal dos músculos, contração muscular e manutenção da massa muscular (MARZZOCO, TORRES, 2015). Existem diversos suplementos alimentares disponíveis no mercado que atuam na complementação da ingestão de proteínas (LIN et al., 2017).

Dentre os suplementos proteicos, destacam-se as proteínas do soro do leite obtidas como principal subproduto do processo de fabricação do queijo. O *whey protein* atua como um excelente suplemento nutricional esportivo devido à presença de proteínas de alto valor nutricional, atrelado ao baixo teor de gorduras e carboidratos, além de conter macro e microminerais (AQUINO et al., 2017).

Os suplementos proteicos veganos apresentam uma alternativa ao uso de *whey protein* para indivíduos adeptos ao veganismo ou outros regimes alimentares. Dentre as proteínas vegetais, as proteínas de arroz e de ervilha destacam-se devido a sua composição rica em aminoácidos de cadeia ramificada, o que as torna com maior valor nutricional em comparação às demais fontes vegetais (SHEN et al., 2022).

Outra característica importante das proteínas, é a presença de elementos essenciais para o organismo humano. Dentre esses elementos, destacam-se o Ca, Fe, K, Na, Mg e Zn, os quais desempenham funções fundamentais no organismo humano para garantir o seu correto funcionamento. Porém, o excesso e a deficiência destes elementos podem causar diversos problemas de saúde (SOUZA, 2017). Assim, monitorar a concentração de elementos essenciais em amostras de alimentos é de extrema importância nutricional e toxicológica.

O método de preparo de amostra adequado é essencial para a determinação da concentração dos elementos presentes na amostra, que visa converter a amostra em uma solução adequada ao equipamento analítico utilizado para a quantificação dos metais (KRUG, 2019). Dentre as técnicas multielementares, destaca-se a Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES) devido ao baixo custo operacional visto que o plasma é mantido através do nitrogênio capturado do ar atmosférico, além de apresentar versatilidade, precisão e bons limites de detecção e quantificação (AGILENT TECHNOLOGIES, 2021).

O trabalho tem como objetivo desenvolver um método de decomposição ácida em sistema fechado de baixa pressão para determinar a concentração total de Ca, Fe, K, Mg, Na e Zn em amostras de suplementos proteicos por MIP OES.

2. METODOLOGIA

Foram adquiridas oito amostras de suplementos proteicos de diferentes marcas no comércio de Pelotas. As amostras de suplementos proteicos veganos foram denominadas A (cacau), B (sem sabor), C (banana com canela), D (baunilha) enquanto as amostras de *whey protein* foram denominadas E (maracujá), F (*cookies & cream*), G (coco e abacaxi) e H (chocolate). As amostras foram colocadas diretamente das embalagens em tubos de polipropileno de 50 mL, identificadas e armazenadas em local seco até o momento dos estudos do preparo das amostras para as análises.

Para o preparo das amostras de suplementos proteicos foi utilizado um método de decomposição ácida em sistema fechado de baixa pressão adaptado de MIRANDA et al (2014). Realizou-se a otimização multivariada para a avaliação das melhores condições para o preparo das amostras. Foram investigadas as seguintes variáveis: massa de amostra (mg), proporção de HNO_3 e H_2O_2 (mL), tempo de pré-digestão (min) e tempo de digestão (min). Após realizar todos os ensaios do planejamento, a melhor condição de preparo foi obtida. Assim, pesou-se 162,5 mg de amostra, adicionou-se 1,064 mL de HNO_3 65% (v/v) e 0,96 mL de H_2O_2 30% (v/v), após os tubos foram fechados e deixados em repouso por 30 minutos. Posteriormente, levou-se os tubos ao bloco digestor a 150 °C por 155 minutos. Após o resfriamento, as amostras foram transferidas para frascos de polipropileno, avolumadas a 15 mL com água desionizada e refrigeradas até o momento das análises.

Avaliou-se a exatidão do método através dos materiais de referência certificados de fígado bovino (NIST 1577c) e folha de cana-de-açúcar (Agro C1005a).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para todos os elementos investigados a faixa linear foi de 0,1 a 5 mg L⁻¹. Também foi possível observar bons coeficientes de correlação linear ao quadrado para os analitos determinados ($R^2 > 0,99$), além de bons valores de limite de detecção (LD) e limite de quantificação (LQ) para o método desenvolvido.

Foi avaliada a exatidão do método na determinação da concentração dos elementos Ca, Fe, K, Mg, Na e Zn através dos materiais de referência certificados com recuperações entre 82% e 113% para o CRM-NIST 1577c e 81 a 114% para o CRM-Agro C1005a, comprovando, assim, a exatidão do método desenvolvido. Os desvios padrões obtidos foram inferiores a 10% para todos os analitos.

Após a avaliação da exatidão e precisão do método desenvolvido, foram analisadas as amostras de suplementos proteicos para determinar as concentrações de Ca, Fe, K, Na, Mg e Zn por MIP OES, conforme apresentado na Figura 1.

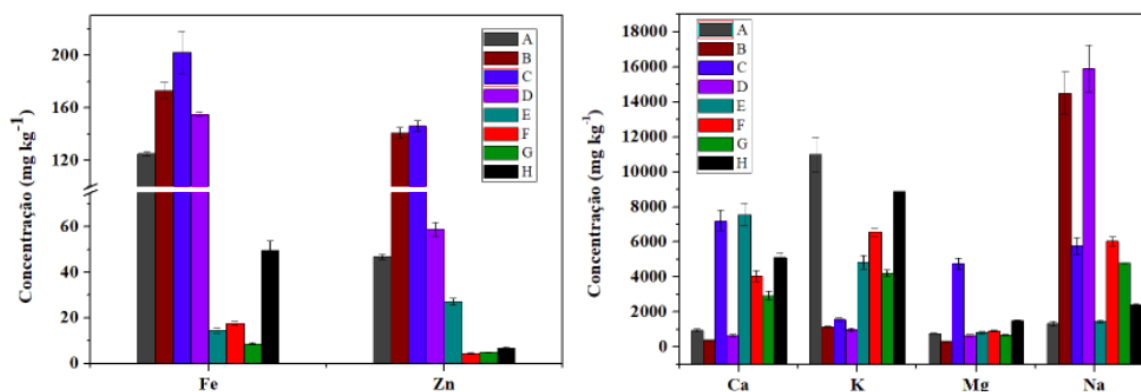


Figura 1. Gráfico de barras para as concentrações de Ca, Fe, K, Mg, Na e Zn nas diferentes amostras de suplementos proteicos.

Baseado nos resultados obtidos, observou-se que a concentração de Ca apresentou variação de 385 até 7.557 mg kg⁻¹. O Ca teve suas maiores concentrações nas amostras E e C com 7.557 e 7.200 mg kg⁻¹, respectivamente. A concentração de Fe mostrou-se maior nas quatro amostras de suplementos proteicos veganos, sendo a amostra C a que apresenta a maior concentração, 202 mg kg⁻¹. Para o K, a amostra A apresentou a maior concentração, juntamente com a amostra H, 11.000 e 8.859 mg kg⁻¹, respectivamente. A maior concentração de Mg foi encontrada na amostra C, 4.754 mg kg⁻¹, enquanto a amostra B apresentou a menor concentração, 308 mg kg⁻¹. A concentração de Na mostrou-se maior nas amostras D e B. A variação da concentração de Na nas amostras ficou entre 1.316 e 15.891 mg kg⁻¹. Para o Zn, as amostras de suplementos proteicos veganos apresentaram as maiores concentrações, sendo a amostra C com o maior valor, 146 mg kg⁻¹, e a amostra F com menor concentração, 4,3 mg kg⁻¹. Dos seis analitos determinados, todos, com exceção do Ca, apresentaram maiores concentrações nos suplementos proteicos de origem vegetal.

Levando em consideração o índice de ingestão diário recomendado pela ANVISA (2005) e pelo Institute of Medicine (2006) para cada elemento e considerando que uma dose de cada amostra equivale a 30 g conforme indicado pelo fabricante, pode-se avaliar a contribuição de cada amostra na ingestão dos analitos analisados, na qual constatou-se que as amostras analisadas auxiliam na ingestão diária dos elementos essenciais, porém sem ultrapassar o valor recomendado.

4. CONCLUSÕES

O método proposto para o preparo das amostras mostrou-se eficiente na decomposição das amostras de suplementos proteicos, além de mostrar-se como uma alternativa viável de decomposição, pois trata-se de um método simples, de baixo custo devido ao pequeno volume de reagentes utilizado para decompor as amostras, sendo viável sua aplicação em análises de rotina. A exatidão do método foi comprovada através dos materiais de referência certificados.

Em relação a concentração total dos elementos analisados, as amostras não fornecem a concentração recomendada de ingestão diária para os analitos Ca, Fe, K, Mg, Na e Zn sendo necessária a ingestão de outros alimentos para suprir as necessidades desses elementos no organismo ao longo do dia.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGILENT TECHNOLOGIES. Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES). Application eHandbook, 2021.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 269, de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico sobre ingestão diária recomendada (idr) para proteína, vitaminas e minerais.** Acessado em: 08 ago. 2022. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/produtos-vegetal/legislacao-1/biblioteca-de-normas-vinhos-e-bebidas/resolucao-rdc-no-269-de-22-de-setembro-de-2005.pdf/view>. Acesso em: 08 de agosto de 2022.

INSTITUTE OF MEDICINE. **Dietary Reference Intakes: The Essential Guide to Nutrient Requirements.** Washington, DC: The National Academies Press. Disponível em: <https://doi.org/10.17226/11537>. Acesso em: 08 de agosto de 2022.

KRUG, F. J.; ROCHA, F. R. P. **Métodos de preparo de amostras para análise elementar.** 2ª ed. São Paulo: EditSBQ, 2019.

LIN, D.; LU, W.; KELLY, A. L.; ZHANG, L.; ZHENG, B.; MIAO, S. Interactions of vegetable proteins with other polymers: Structure-function relationships and applications in the food industry. **Trends in Food Science and Technology**, v. 68, p. 130-144, 2017.

MARZZOCO, A.; TORRES, B. B. **Bioquímica Básica.** 4ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2015.

MIRANDA, K.; PEREIRA FILHO, E. R.; NETO, J. A. G. 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, p. 825-831, 2014.

SHEN, Y.; HONG, S.; SINGH, G.; KOPPEL, K.; LI, Y. Improving functional properties of pea protein through “green” modifications using enzymes and polysaccharides. **Food Chemistry**, v. 358, p. 132687, 2022.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental.** 5ª edição. Porto Alegre: Bookman, p. 836, 2002.

SOUZA, V. I. **Estudo sobre a composição elementar de suplementos dietéticos pelo método de análise por ativação com nêutrons.** 2017. 81f. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Aplicações) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.

TOKALIOĞLU, S.; CLOUGH, R.; FOULKES, M.; WORSFOLD, P. Bioaccessibility of Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Se and Zn from nutritional supplements by the unified BARGE method. **Food Chemistry**, v. 150, p. 321-327, 2014.