

## DESENVOLVIMENTO DE UM MÉTODO ANALÍTICO PARA A DETERMINAÇÃO ELEMENTAR DE OVOS POR MIP OES

ANITA DUTRA VIEIRA<sup>1</sup>; JÉSSICA DA ROSA PORTO<sup>2</sup>;  
ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas – anitadutra8@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – jporto8.jp@gmail.com*

<sup>3</sup>*Universidade Federal de Pelotas – andersonsch@hotmail.com*

### 1. INTRODUÇÃO

A carne vermelha contém quantidades necessárias de minerais, proteínas, vitaminas e ácidos graxos, que colaboram para nutrição adequada do ser humano. No entanto, sua produção é considerada prejudicial para o meio ambiente (SOUZA; FELIPE; FERRARI, 2021). Pensando nisso, os ovos podem ser uma alternativa saudável em relação à carne vermelha, pois são fonte de proteína animal, sendo considerados alimentos nutritivos e economicamente acessíveis (SHINI et al., 2010). Além disso, são fonte de diversos nutrientes como cálcio, magnésio, zinco, ferro, entre outros. Contudo, são associados a fatores adversos na saúde humana, relacionados principalmente ao seu teor de colesterol, considerado fator de risco para o desenvolvimento de doenças cardiovasculares (MIRANDA et al., 2015).

Considerando isso, torna-se evidente a necessidade da identificação e caracterização dos principais nutrientes, levando em conta o consumo sustentável (NÓBREGA, 2021). A etapa do preparo de amostras é uma das mais importantes para determinação dos elementos, em que métodos de decomposição por via úmida, com aquecimento da amostra na presença de ácidos, como  $\text{HNO}_3$ , são os mais utilizados (KAWAMOTO et al., 2018). O método escolhido deve possuir: baixo consumo de reagentes, baixos níveis de contaminação e baixa geração de resíduos. Visando uma maior eficiência na análise, pode-se utilizar métodos que utilizem o bloco digestor com tubos acoplados a um sistema de refluxo, que possui como vantagem a condensação de ácidos, evitando a reposição de reagentes durante essa etapa do processo, além de minimizar os riscos de contaminação e perda de analitos e reagentes por volatilização (ORESTE et al., 2013 e OLIVEIRA, et al., 2016).

Além disso, são utilizadas técnicas analíticas para quantificar esses elementos, uma delas é a Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES), que possui um baixo custo operacional, pois utiliza plasma mantido por  $\text{N}_2$  (Bonemann et al., 2021). Além do baixo custo, essa técnica é multielementar e possui alta eficiência (DINIZ et al., 2017). Pensando nisso, fica evidente a necessidade do desenvolvimento e validação de métodos analíticos voltados ao estudo da etapa de preparo de amostras, para posterior determinação elementar para essa nova técnica analítica. Diante do exposto, o presente trabalho tem como objetivo desenvolver um método analítico simples, confiável e ambientalmente amigável e que permita a determinação elementar de ovos, fornecendo resultados exatos e precisos, apresentando requisitos essenciais para que um método possa ser utilizado em análises de rotina.

### 2. METODOLOGIA

Foram adquiridas amostras de ovos brancos do tipo grande, categoria A, no comércio de Pelotas/RS; as quais foram cozidas adaptando o método de Machado et al. (2006). Essas amostras foram colocadas em bêquer de 500 mL, contendo água. Em seguida, o bêquer foi colocado sobre chapa de aquecimento, e quando

a água chegou à fervura, foram contados 5 minutos. Após isso, os ovos foram descascados e pode-se separar clara, gema e casca. Por fim, as porções de amostra separadas foram armazenadas em frascos de polipropileno a -16 °C.

Para o preparo de amostras, realizado em triplicata, foi utilizado um bloco digestor acoplado ao sistema de refluxo. Primeiramente, pesou-se 1 g de amostra em balança analítica nos tubos digestores, seguido da adição de 4,2 mL de HNO<sub>3</sub> e 0,8 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, e levados para o bloco digestor por 2h20min, após resfriamento a temperatura ambiente, foi adicionado 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e retornado ao aquecimento por mais 1h. Por fim, as soluções resultantes foram avolumadas a 25 mL com água ultrapura e as soluções de brancos foram preparadas paralelamente de forma análoga sem a presença das amostras. Essa condição ótima para o preparo de amostras foi obtida através de um planejamento experimental.

As determinações das concentrações dos analitos foram realizados utilizando a técnica de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES).

Para validação do método proposto, foi utilizado o método de preparo comparativo descrito por Heflin *et al.* (2018), em que as amostras passaram por um processo de liofilização, seguidas de contato com HNO<sub>3</sub> e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> em bloco digestor.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para uma melhor otimização da etapa de preparo de amostras, foi realizado um planejamento experimental aplicado, utilizando como base ferramentas multivariadas, para assim, determinar a condição ótima de decomposição utilizando o bloco digestor. Conforme apresentado na Tabela 1.

**Tabela 1.** Planejamento multivariado experimental para a otimização das condições de decomposição.

Ensaio	Tempo (min)	Condições		Respostas obtidas: Concentração (mg/kg)					
		Temperatura (°C)	Vol. Ácido (mL)	P	Zn	Ca	Fe	K	Mg
1	95	112,0	1,8	6.358	40,9	1.686	40,9	905	130
2	95	112,0	1,8	6.401	42,5	1.744	35,9	990	133
3	200	112,0	1,8	6.368	42,5	1.936	44,9	798	134
4	200	112,0	1,8	6.392	41,9	1.921	47,8	861	138
5	95	178,0	1,8	4.942	45,8	1.168	53,0	908	149
6	95	178,0	1,8	5.039	47,7	1.143	52,8	980	154
7	200	178,0	1,8	7.165	34,3	452	39,9	718	113
8	200	178,0	1,8	6.707	41,2	518	47,8	893	139
9	95	112,0	4,2	7.275	48,2	2.002	56,9	882	153
10	95	112,0	4,2	6.779	45,5	1.748	53,9	995	147
11	200	112,0	4,2	6.605	48,0	1.929	58,0	1.052	155
12	200	112,0	4,2	7.273	46,9	1.782	55,9	1.042	150
13	95	178,0	4,2	6.767	45,8	1.987	57,8	988	147
14	95	178,0	4,2	6.666	45,5	1.858	54,8	960	148
15	200	178,0	4,2	6.677	43,7	2.058	53,8	940	142
16	200	178,0	4,2	6.691	43,1	2.058	54,8	941	138
17	59	145,0	3,0	5.983	41,8	1.547	46,7	1.029	123
18	59	145,0	3,0	5.593	43,8	1.439	46,8	951	124
19	236	145,0	3,0	8.017	54,9	1.831	60,8	1.232	144
20	236	145,0	3,0	7.378	48,0	1.735	53,0	1.152	134
21	148	89,5	3,0	6.531	12,9	1.611	7,96	1.018	34,5
22	148	89,5	3,0	5.718	14,0	1.461	6,99	957	33,1
23	148	200,5	3,0	8.034	52,3	1.911	52,3	1.160	4,13

**Tabela 1.** Continuação

24	148	200,5	3,0	5.756	46,2	1.527	49,9	983	138
25	148	145,0	1,0	6.813	86,5	1.684	59,6	1.085	188
26	148	145,0	1,0	5.917	82,8	1.565	37,9	1.002	208
27	148	145,0	5,0	6.160	50,9	1.510	45,8	1.451	141
28	148	145,0	5,0	9.049	156	2.056	152	925	337
29	148	145,0	3,0	6.119	43,3	1.801	46,9	962	134
30	148	145,0	3,0	6.207	43,3	1.907	51,0	944	138
31	148	145,0	3,0	6.310	42,0	2.041	50,8	933	138
32	148	145,0	3,0	6.970	44,4	2.089	53,8	977	139
33	148	145,0	3,0	5.674	44,8	1.920	51,8	996	143
34	148	145,0	3,0	5.982	41,3	1.765	48,9	882	137
35	148	145,0	3,0	6.809	41,2	1.219	49,8	920	136
36	148	145,0	3,0	7.130	46,2	1.270	56,9	994	152
37	148	145,0	3,0	7.143	48,1	1.553	56,8	928	152
38	148	145,0	3,0	6.749	45,6	1.327	56,8	900	145
39	148	145,0	3,0	6.356	44,7	2.068	55,9	974	151
40	148	145,0	3,0	6.421	47,0	2.092	55,8	980	153

Após a realização de todos os ensaios, os dados obtidos passaram pelo software Statistica e pode-se obter a melhor condição.

Para avaliação da exatidão do método desenvolvido, foi utilizado o método de preparo comparativo descrito por Heflin *et al.* (2018), em que os resultados obtidos estão expressos na Tabela 2. Vale ressaltar que a amostra utilizada passou por um processo de liofilização, por conta disso, toda água presente foi removida.

**Tabela 2.** Resultados do método comparativo versus o método proposto. Valores em mg/kg.

	P	Zn	Ca	Fe	K	Mg
<b>Método Comparativo</b>	11.987 $\pm$ 986 (8,2)	88,1 $\pm$ 4,6 (5,2)	2.712 $\pm$ 113 (4,2)	110 $\pm$ 8 (7,3)	2.271 $\pm$ 180 (7,9)	259 $\pm$ 11 (4,2)
<b>Método Proposto</b>	11.241 $\pm$ 136 (1,2)	72,2 $\pm$ 3,5 (4,8)	2.616 $\pm$ 78 (3,0)	131 $\pm$ 1 (0,8)	2.143 $\pm$ 47 (2,2)	258 $\pm$ 11 (4,3)

Média  $\pm$  desvio padrão (desvio-padrão relativo)

#### 4. CONCLUSÕES

O método de preparo de amostras desenvolvido a partir da otimização das condições experimentais, através da utilização do Delineamento de Composto Central (DCC), demonstrou ser eficiente para decomposição ácida de amostras de ovos, utilizando decomposição em copo aberto com sistema de refluxo. A exatidão do método foi comprovada a partir do método comparativo (referência), onde os valores encontrados experimentalmente estão de acordo entre os métodos, com o desvio padrão relativo inferior a 10%, indicando que o método desenvolvido apresenta exatidão e precisão, sendo um procedimento simples, seguro, ambientalmente amigável, indicativos necessários para ser utilizado em análises de rotina.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BONEMANN, D.H.; LUCKOW, A.C.B.; PEREIRA, C.C.; DE SOUZA, A.O.; CADORE, S.; NUNES, A.M.; VIEIRA, M.A.; RIBEIRO, A.S. Determination of total concentration and bioaccessible fraction of metals in tomatoes and their derivatives by MIP OES. **Journal of Food Composition and Analysis** 96 (2021) 103716.
- DINIZ, L.M.N.; CARRASCO, T.S.; MEDINA, A.L.; RIBEIRO, A.S.; NUNES, A.M. Use of MIP OES and F AAS/ F AES for determination of Ca, K, Na and Mg in Brazilian cream cheese. **Química Nova** 40 (2017) 711-719.
- HEFLIN, LAURA E. et al. Mineral content of eggs differs with hen strain, age, and rearing environment. **Poultry Science** 97 (2018) 1605-1613.
- KAWAMOTO, M.S.; BRAZ, C.E.M.; NOGUEIRA, A.R.A. **Estudo comparativo de procedimentos de preparo de amostras de alimentos empregando ácidos diluídos para a determinação de nutrientes por técnicas espectroscópicas.** <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/1100758/1/EstudoComparativoProcedimentos.pdf>, acessado em setembro de 2024.
- MACHADO, F.M.V.F.; CANNIATTI-BRAZACA, S.G.; PIEDADE, S.M.D.S. Avaliação da disponibilidade de ferro em ovo, cenoura e couve e em suas misturas. **Food Science and Technology** 26 (2006) 610-618.
- MIRANDA, J.M. et al. Egg and egg-derived foods: effects on human health and use as functional foods. **Nutrients** 7 (2015) 706-729
- NÓBREGA, P.S. **Análise do comportamento do consumidor de carne bovina frente a carnes vegetais.** Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade de Brasília, 2021.
- OLIVEIRA, R.M.; ANTUNES, A.C.N.; VIEIRA, M.A.; MEDINA, A.L.; RIBEIRO, A.S. **Microchemical Journal** 124 (2016) 402-409.
- ORESTE, E.Q. et al. New design of cold finger for sample preparation in open system: determination of Hg in biological samples by CV-AAS. **Microchemical Journal** 109 (2013) 5-9, 2013.
- SHINI, S. et al. Understanding stress-induced immunosuppression: exploration of cytokine and chemokine gene profiles in chicken peripheral leukocytes. **Poultry science** 89 (2010) 841-851.
- SOUZA, L.D.Z.S.; FELIPE, D.F.; FERRARI, A. **Consumo de carne vermelha: o impacto no meio ambiente e no desenvolvimento do câncer colorretal.** [https://www.meioambientepocos.com.br/ANALIS%202021/270\\_consumo-de-carne-vermelha-o-impacto-no-meio-ambiente-e-no-desenvolvimento-do-cancer-colorretal.pdf](https://www.meioambientepocos.com.br/ANALIS%202021/270_consumo-de-carne-vermelha-o-impacto-no-meio-ambiente-e-no-desenvolvimento-do-cancer-colorretal.pdf), acessado em setembro de 2024.