

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO PARA ANÁLISE ELEMENTAR EM AMOSTRAS DE IOGURTE E BEBIDAS LÁCTEAS POR MIP OES

MARCELO DOURADO MONCKS¹; CHARLIE GUIMARÃES GOMES²;
JÉSSICA DA ROSA PORTO³; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO⁴; WILLIAM
BOSCHETTI⁵; ADRIANE M. NUNES⁶

¹Universidade Federal de Pelotas – marcelomoncks@yahoo.com.br

²Universidade Federal de Pelotas – Charlieggomesii@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – jporto8.jp@gmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – andersonsch@hotmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – wiliamcaxias@gmail.com

⁶Universidade Federal de Pelotas – adriane.mn@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

Iogurtes e bebidas lácteas são produtos amplamente consumidos pela população, os quais são reconhecidos pelo valor nutricional, praticidade e apelo sensorial. Entretanto, apresentam diferenças significativas em sua composição e modo de produção. O iogurte é um produto fermentado exclusivamente a partir do leite, utilizando culturas específicas de microrganismos (*Lactobacillus* e *Streptococcus thermophilus*), enquanto as bebidas lácteas incluem ingredientes adicionais, como soro de leite, amido e açúcares, impactando negativamente sua qualidade nutricional. Além do aspecto nutricional, a cadeia produtiva desses produtos tem grande relevância econômica. Contudo, também é essencial garantir a segurança alimentar da população, especialmente em relação à presença de elementos essenciais (Ca, Mg, K, P, Zn), e potencialmente tóxicos (Pb, Cd, Hg, As), os quais podem estar presentes devido a contaminações ambientais, uso de aditivos e corantes, bem como podem estar relacionados a falhas no processamento industrial. (SOUZA, 2019).

O presente trabalho teve como objetivo inicial o desenvolvimento de um método analítico utilizando a técnica de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (MIP OES) para a identificação e quantificação de elementos essenciais e potencialmente tóxicos.

2. METODOLOGIA

Para o desenvolvimento do método analítico, foi empregado um planejamento experimental fatorial do tipo 2³, apresentando quatro pontos centrais e seis pontos axiais, totalizando 18 ensaios. A partir desse delineamento, estabeleceu-se um protocolo baseado na decomposição ácida das amostras, utilizando ácido nítrico (HNO₃) e peróxido de hidrogênio (H₂O₂), com o objetivo de avaliar a influência das variáveis: tempo de decomposição, temperatura e volume de peróxido sobre a eficiência da decomposição da matriz orgânica. A Tabela 1 apresenta as variáveis selecionadas e os respectivos níveis utilizados no delineamento fatorial.

Os experimentos foram realizados em duplicata. A definição das variáveis investigadas baseou-se em testes preliminares e em uma revisão bibliográfica aprofundada.

Variáveis	Níveis				
	-1,68	-1	0	+1	+1,68
Tempo (min.)	60,0	84,3	120,0	155,7	180,0
Temp. (°C)	124,0	159,7	212,0	264,3	300,0
Peróxido (mL)	1,0	1,8	3,0	4,2	5,0

Fator (C)	SS	df	MS	F	p
Tempo	0,00023	1	0,00023	0,78433	0,38394
Tempo ²	0,00231	1	0,00231	7,83383	0,00953
Temperatura	0,00201	1	0,00201	6,7924	0,01495
Temperatura ²	0,00092	1	0,00092	3,11234	0,08945
Peróxido	0,0001	1	0,0001	0,03319	0,85685
Peróxido ²	0,00191	1	0,00191	6,45721	0,01739
Falta de ajuste	0,00183	5	0,00037	1,31	0,2963
Resíduo	0,00768	26	0,0003		
Erro puro	0,0085	21	0,00028		
Total SS	0,01576	35			

Fator (A)	SS	df	MS	F	P
Tempo	5,1771	1	5,17705	0,75	0,3921
Temperatura	29,1739	1	29,1739	4,24	0,0477
Peróxido	40,1191	1	40,1191	5,83	0,0216
Falta de ajuste	18,27	11	1,66	0,17	0,9977
Resíduo	220,13	32	6,88		
Erro puro	201,86	21	9,61		
Total SS	294,60	35			

Tabela 1: Variáveis e níveis do planejamento multivariado empregados para a otimização das condições de decomposição das amostras.

Após a etapa de decomposição, procedeu-se à determinação da acidez, seguida por filtração, diluição, calibração do equipamento e análise das amostras por meio da técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (MIP OES). Nessa etapa, observou-se também a presença de carbono residual nas amostras, contribuindo para a caracterização referente à etapa de preparo da amostra.

Posteriormente, os dados obtidos foram submetidos ao tratamento estatístico, o que permitiu identificar a condição experimental mais adequada. Essa condição otimizada foi então aplicada em novas amostras, seguindo novamente as etapas de decomposição, determinação da acidez e análise por MIP OES. Os resultados obtidos apresentaram boa concordância, confirmando a eficácia e a reprodutibilidade do método desenvolvido.

A validação do método foi realizada com uso de material de referência certificado (CRM) de leite em pó, assegurando a rastreabilidade e a confiabilidade dos resultados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos foram submetidos ao tratamento estatístico, o que permitiu identificar a condição experimental mais adequada, conforme o gráfico abaixo:

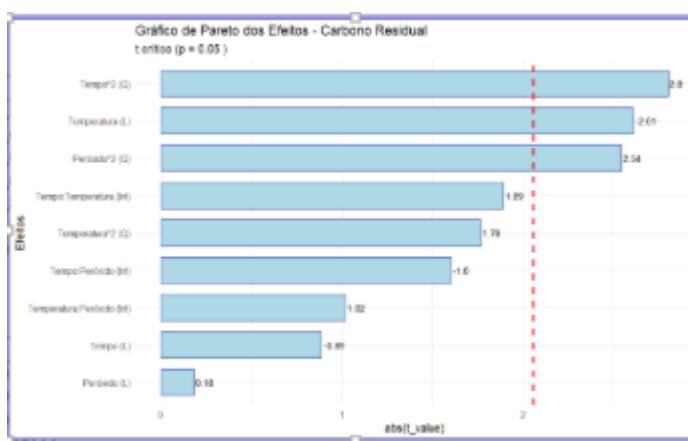


Gráfico 1: Gráfico de Pareto dos efeitos - Carbono Residual

A análise do gráfico de Pareto referente ao teor de carbono residual indicou que as variáveis temperatura e tempo de processamento exerceram influência estatisticamente significativa sobre esse parâmetro, conforme demonstrado por seus efeitos situados acima do limite de significância. Esses fatores apresentaram impacto positivo na redução do carbono residual, evidenciando sua relevância no desempenho do método de preparo das amostras.

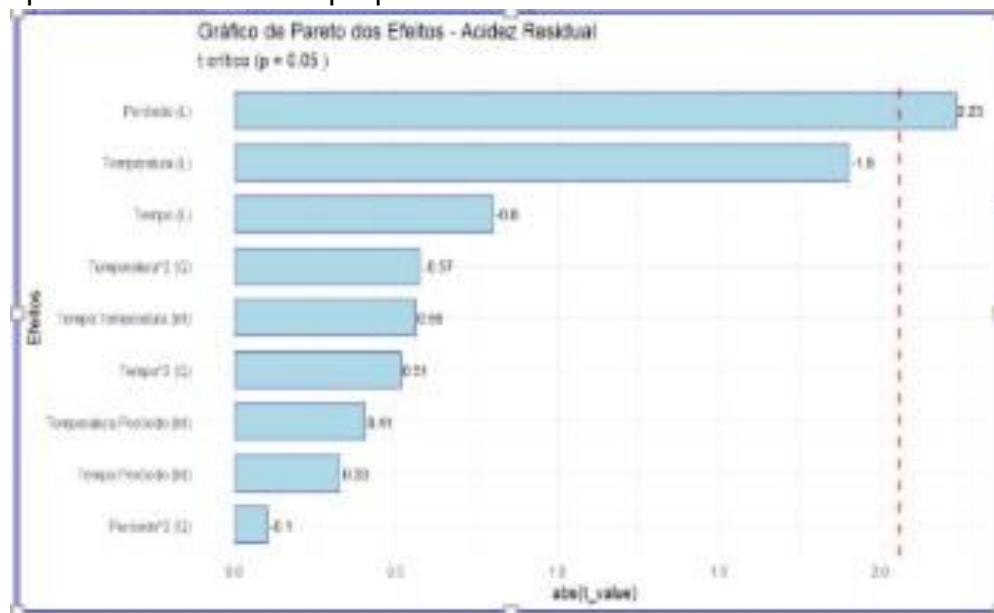


Gráfico 2: Gráfico de Pareto dos Efeitos - Acidez Residual

A interpretação do gráfico de Pareto referente à variável resposta **acidez** residual evidenciou que, dentre os fatores investigados: temperatura, tempo de reação e concentração de peróxido apresentou o efeito principal e estatisticamente significativo sobre a redução da acidez, destacando-se por ultrapassar o limite de significância estabelecido pelo modelo experimental.

O impacto expressivo da concentração de peróxido indica que o aumento controlado desse reagente favorece reações de oxidação mais eficientes dos compostos orgânicos ácidos presentes na matriz, promovendo sua degradação e consequente neutralização. Tal comportamento está alinhado com o potencial oxidante do peróxido de hidrogênio, cuja eficácia está diretamente relacionada à sua concentração e às condições reacionais aplicadas.

Por outro lado, as variáveis temperatura e tempo de reação apresentaram efeitos positivos, porém de menor magnitude, situando-se abaixo do limiar de significância em alguns cenários, o que sugere uma influência secundária sobre a resposta, no intervalo experimental adotado. Esses fatores, embora contribuintes, não demonstraram ser determinantes para a eficácia da neutralização da acidez residual.

Essa condição otimizada foi então aplicada em novas amostras, seguindo novamente as etapas de decomposição, determinação da acidez e análise por MIP OES. Os resultados obtidos apresentaram boa concordância, confirmando a eficácia e a reproduzibilidade do método desenvolvido.

A validação do método foi realizada com uso de material de referência certificado (CRM) de leite em pó, assegurando a rastreabilidade e a confiabilidade dos resultados.

4. CONCLUSÕES

A aplicação do planejamento fatorial permitiu uma avaliação eficiente das variáveis mais relevantes envolvidas nos procedimentos de preparo das amostras, contribuindo para a otimização da subsequente determinação dos elementos. Dentre os métodos testados, a decomposição ácida por sistema de refluxo demonstrou-se eficaz na preparação das amostras de iogurte, viabilizando a quantificação dos analitos de interesse.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Alegría, A.; Garcia-Llatas, G.; Cilla, A. “**Static Digestion Models: General Introduction**”. In: *The Impact of Food Bioactives on Health: in vitro and ex vivo models*. Springer, Cham, 2015.

DANTAS, A. M. et al. **Gastrointestinal digestion assays for evaluating the bioaccessibility of phenolic compounds in fruits and their derivates: an overview**. *Food Research International*, v. 170, art. 112920, 2023.

SOUZA, T. S. P. et al. **Yogurt and whey beverages available in Brazilian market: Mineral and trace contents, daily intake and statistical differentiation**. *Food Research International*, v. 119, p. 709–714, 2019.

RASERA, G. B.; DE CAMARGO, A. C.; DE CASTRO, R. J. S. **Bioaccessibility of phenolic compounds using the standardized INFOGEST protocol: a narrative review**. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v. 22, n. 1, p. 260–286, 2023.

RODRIGUES, B. C. et al. **Bioavailability of iron and zinc from different sources in functional dairy products: a review**. *Journal of Functional Foods*, v. 83, 2021.