

**DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO PARA AVALIAÇÃO DE METAIS  
POTENCIALMENTE TÓXICO EM AMOSTRAS DE PEIXE GÊNERO  
COLOSSOMA (TAMBAQUI) DA REGIÃO DO MÉDIO RIO NEGRO NO  
MUNICÍPIO DE BARCELOS AMAZONAS**

ANA PAULA MARQUES DE OLIVEIRA<sup>1</sup>; CÁSSIO HENRIQUE HENN<sup>2</sup>; JÉSSICA  
DA ROSA PORTO<sup>3</sup>; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de Pelotas – [ap\\_marques@outlook.com](mailto:ap_marques@outlook.com)

<sup>2</sup> Universidade Federal de Pelotas – [kassiohenriquehenn@gmail.com](mailto:kassiohenriquehenn@gmail.com)

<sup>3</sup> Universidade Federal de Pelotas – [jporto8.jp@gmail.com](mailto:jporto8.jp@gmail.com)

<sup>4</sup> Universidade Federal de Pelotas – [andersonsch@hotmail.com](mailto:andersonsch@hotmail.com)

**1. INTRODUÇÃO**

Barcelos é um município situado no estado do Amazonas, na margem direita do rio Negro. A pesca artesanal é uma das atividades mais importantes da região, sendo a principal fonte de proteína tanto para os moradores da cidade quanto para as comunidades ribeirinhas e indígenas. No entanto, a contaminação por metais tóxicos na Amazônia constitui um grave problema ambiental, com impactos diretos na saúde humana, fauna e flora (WHO, 2008).

Os peixes, devido à sua alta capacidade de bioacumulação de substâncias em seus tecidos, como músculos e órgãos, tornam-se um dos principais veículos dessa contaminação. Por essa razão, são considerados excelentes bioindicadores da saúde ambiental. A Organização Mundial da Saúde (OMS) estabelece que a concentração máxima de mercúrio em peixes não predadores deve ser de 0,5 mg/kg, enquanto para peixes predadores esse limite é de 1,0 mg/kg (WHO, 2008). No Brasil, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) determina que a concentração máxima de mercúrio em peixes para consumo humano é de 0,5 mg/kg, exceto para peixes predadores, cujo limite é de 1,0 mg/kg (ANVISA, 2013). Portanto, é de suma importância a análise desse tipo de proteína, principalmente a análise elementar.

Para a realização de uma análise química, a amostra necessita ser submetida a um preparo apropriado (KRUG, 2010). O método de preparo deve apresentar baixo consumo de reagentes, facilidade, além disso, possuir mínima contaminação e baixa geração de resíduos (NIU *et al.*, 2018). A utilização do planejamento é muito importante para designar um conjunto de experimentos analíticas de um método que, ao serem aplicado, produzem a melhor resposta garantindo a este, maior sensibilidade e melhores características (BEZERRA *et al.*,

2008). Esses tipos de planejamentos são especialmente essenciais no início de um estudo experimental, pois proporciona realizar seleção de variáveis evidenciando as mais significativas e quantificando suas interações (NOVAES *et al.*, 2017).

Dentro das técnicas utilizadas, a Espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES), tem sido usado para determinação de minerais em diferentes alimentos. Um método multielementar que contém baixo custo operacional, uma vez que a manutenção do plasma ocorre por meio do gás nitrogênio, o qual é convertido por meio de um gerador de nitrogênio que capta o ar atmosférico (JACOBS *et al.*, 2021)

## 2. METODOLOGIA

### 2.1. Amostras

Para o desenvolvimento do método, foram adquiridas amostras de files de peixe gênero *Colossoma* (Tambaqui). As amostras foram adquiridas no mercado municipal do município de Barcelos (AM), diretamente da colônia de pescadores, e congeladas para o transporte até o LabMeQui. Ao chegar no laboratório, as amostras foram descongeladas, homogeneizadas, armazenadas em tubos de polipropileno devidamente etiquetados e mantidas em refrigeração a -16 °C até o momento das análises.

### 2.2. Preparo da amostra

Para o desenvolvimento do método, utilizou-se um sistema fechado de digestão ácida de baixa pressão, com aquecimento em bloco digestor. Para a obtenção da melhor condição experimental na etapa de preparo de amostras, foi realizada uma otimização multivariada do tipo Delineamento de Composto Central (DCC) 2<sup>4</sup> com oito pontos axiais e três repetições do ponto central, totalizando 27 ensaios. Durante a otimização, variaram-se a massa da amostra, o tempo de pré-decomposição, o tempo de decomposição e o volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, mantendo-se constante o volume de HNO<sub>3</sub> (0,5 mL) e a temperatura do bloco digestor (150°C), como descrito na Tabela 1.

**Tabela 1** - Variáveis e níveis do planejamento utilizado para a otimização das condições de preparo de amostras.

Variáveis	Níveis				
	-2	-1	0	1	2
Tempo de decomposição (min)	60	90	120	150	180
Tempo de pré-decomposição (min)	10	20	30	40	50
Massa de amostra (mg)	40	80	120	160	200

Volume de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (mL)	0,5	0,75	1	1,3	1,5
--	-----	------	---	-----	-----

A variável dependente avaliada foi o teor de C residual por MIP OES da solução final de cada experimento.

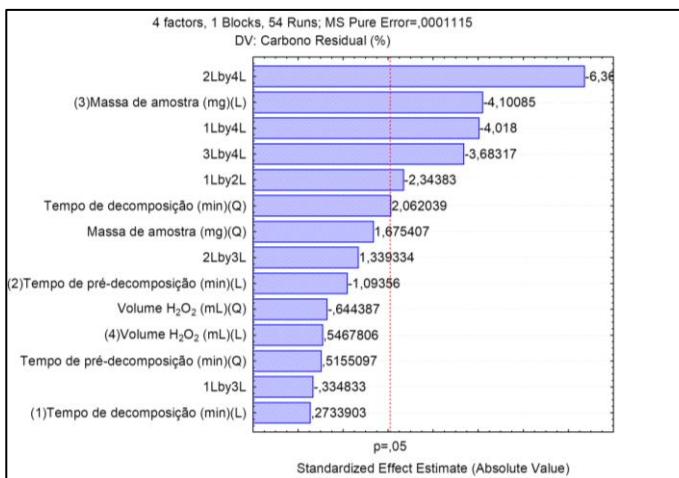
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através do planejamento foram obtidos gráficos de Pareto e superfícies de resposta para a variável dependente estudada, o teor de carbono residual.

O carbono residual foi descrito a partir modelo quadrático com falta de ajuste de 3,7 vezes o valor de  $F_{\text{calculado}}$  (6,77) em relação ao  $F_{\text{crítico}}$  (1,83), porém, alguns autores relatam que modelos com leve falta de ajuste podem ser utilizados para previsões a fim de obter-se uma condição ideal, porém devem ser considerados com cautela (Ballus *et al.*, 2014).

Como observa-se no diagrama de Pareto (Figura 1), as variáveis massa da amostra e tempo de decomposição exerceram maior influência sobre o teor de carbono residual, apresentando efeitos estatisticamente significativos ( $p < 0,05$ ). Esse comportamento evidencia que o aumento da massa dificulta a completa degradação da matriz, resultando em maiores porcentagens de carbono residual. Além disso, as interações envolvendo a massa da amostra e o volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> também apresentaram efeito positivo, reforçando que a eficiência do processo depende diretamente da quantidade de amostra e o volume do H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Individualmente, as variáveis tempo de pré-decomposição e volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> não ultrapassaram o limite de significância, indicando que sua contribuição é limitada para a degradação do carbono residual.

Também se observa as interações lineares negativas entre as variáveis tempo de pré-decomposição e volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, tempo de decomposição e volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, massa de amostra e volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, tempo de decomposição e tempo de pré-decomposição. Isto indica que o aumento simultâneo destas variáveis afeta positivamente na resposta de carbono residual.



**Figura 1.** Gráfico de Pareto para análise de carbono residual.

Assim, combinando os modelos sob os critérios estabelecidos, as condições ideais foram: tempo de decomposição de 150 minutos, tempo de pré-decomposição de 40 minutos, massa de amostra de 160 mg e volume de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de 1,3 mL. Essa condição foi testada através de uma comparação entre os valores preditos pelo modelo e valores obtidos experimentalmente, onde não se observou diferenças significativas a 95% de confiança.

#### 4. CONCLUSÕES

A aplicação do delineamento de composto central permitiu identificar a condição ideal para o preparo de amostras de Tambaqui, visando à análise multielementar pela técnica de MIP OES. O método desenvolvido, a partir da otimização das variáveis experimentais, mostrou-se eficiente para a decomposição ácida das amostras, utilizando um sistema fechado de baixa pressão.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BALLUS, C. et al. Doehlert design-desirability function multi-criteria optimal separation of 17 phenolic compounds from extra-virgin olive oil by capillary zone electrophoresis. **Food Chemistry**, v. 146, p. 558 – 568, 2014.
- BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Resolução – RDC nº 40**, de 21 de março de 2001. Regulamento técnico para rotulagem nutricional de alimentos e bebidas embaladas. Brasília, 2001.
- KRUG, F. J.; **Métodos de Preparo de Amostras: Fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. 1<sup>a</sup> ed., Piracicaba, 2010, 340 p.
- NOVAES, C. G.; YAMAKI, R. T.; DE PAULA, V. F.; DO NASCIMENTO JÚNIOR, B. B.; BARRETO, J. A.; VALASQUES, G. S.; BEZERRA, M. A. Otimização de Métodos Analíticos Usando Metodologia de Superfícies De Resposta - Parte I: Variáveis de Processo. **Revista Virtual Química**, v. 9, n. 3, p. 1284-1215, 2017