

## Decomposição de amostras de erva mate (*Ilex paraguariensis*) utilizando sistema de refluxo para avaliação dos teores de elementos essenciais por ICP OES

ALEXANDER OSSANES DE SOUZA<sup>1</sup>, CAMILA CORRÊA PEREIRA<sup>2</sup>, ELIÉZER QUADRO ORESTE<sup>2</sup>, MARIANA VIEIRA<sup>2</sup>, ANDERSON RIBEIRO<sup>2</sup>, ADRIANE MEDEIROS NUNES<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA – alexander.souza@hotmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA.

<sup>3</sup>Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas, PPGQ/CCQFA – adriane.mn@hotmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

O chimarrão é uma bebida bastante consumida no sul do país (Rio Grande do Sul, Santa Catarina e Paraná) e também em parte da Bolívia, Chile, Uruguai, Paraguai e Argentina. Nas áreas de cultivo da *Ilex paraguariensis*, agroquímicos e fertilizantes são amplamente utilizados para que se tenha uma maior produção e um produto de melhor qualidade, porém essa adição pode aumentar a concentração de alguns elementos tornando-os potencialmente tóxicos. (EFING, 2008).

Dessa forma, tendo em vista o consumo diário da erva mate por parte da população, bem como uma completa falta de informação a respeito da sua composição elementar e nutricional, é necessário avaliar a concentração desses elementos na folhas e parte dos galhos da erva mate (*Ilex paraguariensis*) afim de verificar se a concentração total pode causar algum risco a saúde humana.

O procedimento normalmente utilizado para o preparo de amostras de erva mate faz uso da digestão convencional baseada em uma mistura nitro-perclórica ou calcinação por mufla. (CARNEIRO et al., 2006 e HEINRICHS; MALAVOLTA, 2001). No entanto, estes procedimentos apresentam alguns inconvenientes tais como contaminação, principalmente quando se utiliza a mufla, volatilização de analitos e/ou ácidos por meio de procedimento convencional de mineralização ácida em sistema aberto ou propriedades altamente reativas dos reagentes (ex. explosão por uso do HClO<sub>4</sub>) (KRUG, 2010).

Para minimizar a perda de elementos voláteis e/ou ácidos por volatilização, a literatura reporta o uso de sistemas de micro-ondas, o qual trata-se de um sistema fechado, minimizando assim esses risco. Contudo, trata-se de um equipamento relativamente caro e nem todos os laboratórios tem acesso para a realização de mineralização de amostras. Dessa forma, uma alternativa para essa etapa é a utilização de um sistema de refluxo que é acoplado aos tubos do bloco digestores convencionais, que permite a utilização de elevadas temperaturas sem que haja perda de ácidos e de elementos voláteis (KRUG, 2010 e ORESTE, 2013).

Assim, o objetivo deste trabalho foi de avaliar os teores de concentração de Fe, Mg, Mn, Zn e Ca por ICP OES em amostras de erva mate disponíveis no comércio local de Pelotas. Para este estudo, fez-se a comparação de dois procedimentos de preparo de amostra: decomposição ácida com sistema de refluxo e assistida por radiação micro-ondas.

## 2. METODOLOGIA

### 2.1 Instrumentação

As determinações foram realizadas utilizando a técnica de Espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado (ICP OES).

### 2.2 Preparo da Amostra

Foram selecionadas duas amostras de erva mate, provenientes de diversas marcas, as quais foram adquiridas em comércio local. Para o procedimento de preparo, primeiramente foi necessário submetê-las a processo de moagem em um processador de alimentos (Philips Walita) e peneiramento, utilizando uma peneira com granulometria de 0,250 mm, para que houvesse uma maior homogeneidade. Posteriormente, essas amostras foram submetidas a diferentes procedimentos de preparo, conforme serão descritos a seguir.

#### 2.2.2 Digestão Ácida

Pesaram-se cerca de 500 mg de amostra em um tubo de digestão e adicionaram-se 9 mL de HNO<sub>3</sub> bidestilado e 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Em seguida, os tubos com o sistema de dedo frio foram submetidos a uma temperatura do bloco digestor de 220 °C por um período de três horas. Após o resfriamento dos tubos de digestão, transferiu-se o líquido resultante para frascos volumétricos de 50 mL e aferiu-se com água deionizada.

#### 2.2.3 Forno Micro-ondas

Pesaram-se cerca de 500 mg das amostras, as quais foram transferidas para tubos de digestão do forno de micro-ondas. Subsequentemente, foi adicionado 2,0 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, posteriormente, 5,0 mL de HNO<sub>3</sub> bidestilado e 4 mL de H<sub>2</sub>O. A programação do forno de micro-ondas (Anton Paar Modelo Multiwave 3000) foi de 20 minutos para digestão a uma temperatura de 170 °C em uma potência de 1200 W com pressão interna de 16,5 bar. Após o resfriamento dos tubos de digestão, transferiu-se o líquido resultante para frascos volumétricos de 50 mL e aferiu-se com água desionizada.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de concentração dos analitos encontrados nas amostras decompostas no sistema de refluxo estão apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1** – Concentração dos elementos essenciais obtidos em uma amostra de erva mate. Valores em mg Kg<sup>-1</sup>. (n=3)

Elemento	Sistema de refluxo	Micro-ondas
Amostra A		
Fe	243,6 ± 15,5 (6,4)	255,8 ± 10,8 (4,2)
Mg	3679,2 ± 9,4 (0,2)	3540,7 ± 222,9 (6,3)
Mn	2117,3 ± 21,7 (1,0)	2157,2 ± 172,6 (8,0)
Zn	42,9 ± 0,8 (1,9)	40,9 ± 2,5 (6,1)
Ca	6809,6 ± 85,1 (1,2)	6222,6 ± 747,5 (12,0)

Amostra B		
Fe	290,8 ± 5,1 (1,8)	331,7 ± 35,91 (10,8)
Mg	3978,6 ± 20,3 (0,5)	3846,89 ± 352,03 (9,1)
Mn	1855,5 ± 11,3 (0,6)	1928,73 ± 195,01 (10,1)
Zn	67,1 ± 6,9 (10,2)	72,25 ± 7,14 (9,9)
Ca	6542,1 ± 82,7 (1,3)	6300,30 ± 1204,51 (19,1)

\*Valores da tabela: Média, ± Desvio-padrão relativo e (RSD).

Os limites de detecção obtidos foram de 0,016, 0,008, 0,006, 0,005 e 0,042 mg L<sup>-1</sup> para Fe, Mg, Mn, Zn e Ca, respectivamente.

A aplicação de um teste estatístico (Teste t- Student pareado) indicou uma boa concordância entre os resultados obtidos, não havendo diferenças significativas, a um nível de confiança de 95%.

Para avaliar a exatidão, também foram feitos testes de adição em dois níveis de concentração para cada analito para ambos os procedimentos de preparo de amostra utilizados. Os valores de recuperação obtidos ficaram entre 85 a 110 %.

#### 4. CONCLUSÕES

A decomposição ácida com sistema de refluxo mostrou-se eficiente para determinação dos elementos essenciais na erva mate. De acordo com os resultados obtidos nesta etapa do trabalho, pode-se observar que Mg, Mn e Ca apresentam concentrações elevadas. No entanto, Mg e Ca não representam um risco à saúde do consumidor do chimarrão.

Certamente, esta mesma metodologia poderá ser utilizada na determinação elementos que indicam possíveis contaminações no solo, influenciando nas amostras de erva mate. Como continuação deste trabalho, estão sendo realizados estudos para a determinação elementos em preparos que simulam o chimarrão.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CARNEIRO, C.; REISSMANN, C. B.; MARQUES, R.. Comparação de Métodos de Análise Química de K, Ca, Mg e Al, em Folhas de Erva-Mate (*Ilex Paraguariensis* ST. HIL.). **Cerne**, 12. 113-122, 2006.

CHASAPIS, C. T.; LOU SIDOU, A. C.; SPILIOPOULOU, C. A.; STEFANIDOU, M. E.. Zinc and Human Health: an Update. **Archives of Toxicology**, 86. 521-534, 2012.

EFING, L. M. A. C.. **Compostos Bioativos do Material Resinoso, Subproduto do Processamento da Erva Mate**. 2008. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) - Curso de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná.

ELE, F. J.; MACGREGOR, G. A.. Beneficial Effects of Potassium on Human Health. **Physiologia Plantarum**, 133, 4. 725-735, 2008

HEINRICH, R.; MALAVOLTA, E.. Composição Mineral do Produto Comercial da Erva-Mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.). **Ciência Rural**, 31, 5. 781-783, 2001.

KRUG, F. J. **Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar.** Piracicaba-SP, 2010.

ORESTE, E. Q.; JESUS, A.; OLIVEIRA, R. M.; SILVA, M. M.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S. New design of cold finger for sample preparation in open system: Determination of Hg in biological samples by CV-AAS. **Microchemical Journal**, 109, 5-9, 2013.