

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE PREPARO DE AMOSTRAS DE ARROZ BRANCO E INTEGRAL PARA QUANTIFICAÇÃO DE K POR F AES

RICHARD MACEDO DE OLIVEIRA^{1,*}; ANA CLARA NASCIMENTO ANTUNES²;
MARIANA ANTUNES VIEIRA²; ANDERSON SCWINGEL RIBEIRO³.

^{1,2}Laboratório de Metrologia Química; Universidade Federal de Pelotas, RS/Brasil. –
*ricoliveiraqi@gmail.com

³Laboratório de Metrologia Química; Universidade Federal de Pelotas, RS/Brasil. –
andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O arroz (*Oryza Sativa*) é um dos principais cereais de destaque no mundo, por sua vasta produção e consumo nos diversos continentes. Por esta razão, serve como fonte de alimento para mais da metade da população mundial, o que o torna um alimento de extrema importância para a segurança alimentar, além de fornecer um excelente balanceamento nutricional (WALTER, 2008).

No mundo todo, a forma mais consumida do cereal é o arroz branco, havendo o arroz integral e parboilizado como outras formas do grão para consumo. Embora a maioria dos consumidores opte pelo arroz branco, o mesmo tem baixa concentração de minerais que são essenciais para a saúde do ser humano, graças a forma de beneficiamento do grão. Em países como o Brasil o consumidor tende a optar pelo arroz branco por dois simples fatores: o preço (sendo o mais barato entre outras variedades de arroz) e o sabor. O processo de beneficiamento das outras formas de arroz menos populares é feita de modo diferente, e por este motivo não há a perda de minerais, vitaminas e nutrientes, tornando-se um arroz mais benéfico para a saúde humana (HEINEMANN, 2005).

Entre os elementos que podem ter um decréscimo em sua concentração pela forma em que é feito o beneficiamento do arroz branco destaca-se o potássio (K), pois é um nutriente essencial para a saúde do ser humano por ter funções nos estímulos nervosos, bem como no ritmo normal do coração (OKADA, 2005; LINDER, 1991).

Entre as técnicas de análise elementar de nutrientes, destaca-se a Espectrometria de Emissão Atômica com Chama (F AES), por ser uma técnica simples, robusta, obtendo-se resultados rápidos, precisos e reprodutíveis (OKUMURA, 2005).

Tendo em vista que as amostras de arroz são de difícil decomposição, este trabalho tem como objetivo a comparação entre três diferentes métodos de decomposição para o preparo de amostra de arroz branco e integral, para uma subsequente quantificação da concentração de K por F AES.

2. METODOLOGIA

O primeiro método para a degradação da matéria orgânica presente na amostra, foi utilizando o HNO₃ com aquecimento em banho ultrassônico. Para isto, foram pesados aproximadamente 0,50 g de amostras de arroz (branco polido e integral) diretamente em tubos de polietileno, para posterior adição de 5,0 mL de HNO₃. Todas as amostras foram digeridas em temperatura de 80 °C por 2 h. Após o resfriamento das amostras, as soluções resultantes foram aferidas a 50 mL com água desionizada.

Para o segundo método fez-se a degradação da amostra utilizando HNO_3 com aquecimento em um bloco digestor. A mesma quantidade de amostra foi pesada (0,50 g), diretamente em tubos de digestão para posterior adição de 5,0 mL de HNO_3 . Em seguida, foi acoplado aos tubos o sistema de refluxo, sendo que desta vez as amostras foram digeridas em temperatura de 210 °C por 2 h. As soluções obtidas foram aferidas a 50 mL com água desionizada.

O último método de preparo de amostra testado foi utilizando o hidróxido de tetrametilamônio (TMAH). Neste procedimento, 0,50 g de amostra úmida foram tratadas com 2,3 mL de TMAH, sendo submetidas a aquecimento por 2 h em banho ultrassônico, devido a uma maior velocidade e eficiência de solubilização. Ao final todas as amostras foram aferidas com 50 mL de água desionizada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros de mérito para as três metodologias propostas para a preparação de arroz estão apresentadas na Tabela 1. Assim sendo, podemos observar uma maior sensibilidade (a) para a curva de calibração em meio de TMAH, bem como menor LD e LQ. Ótimos coeficientes de correlação lineares (R) foram obtidos para os três métodos ($R > 0,99$).

Tabela 1: Parâmetros de mérito para a determinação de K.

R	Faixa linear (até, mg L^{-1})	a ($\text{L}^{-1} \text{mg}$)	LD (mg Kg^{-1})	LQ (mg Kg^{-1})
TMAH com banho ultrassônico				
0,999	5,0	0,2633	3,60	12,01
HNO_3 com banho ultrassônico				
0,999	5,0	0,2536	4,98	16,62
HNO_3 com sistema de refluxo				
0,998	5,0	0,191	6,62	22,07

a: Coeficiente angular; R: Coeficiente de correlação linear; LD: Limite de detecção instrumental e LQ: Limite de quantificação.

A quantificação de K nas duas diferentes formas de arroz (AB e AI) mostrou grande discrepância quando foram comparadas ambas as digestões ácidas (HNO_3), com a solubilização em TMAH. Entretanto, para as amostras tratadas com HNO_3 as concentrações de K se mostraram concordantes entre si, não mostrando diferenças significativas, quando aplicado o teste *T student* pareado a um nível de confiança de 95%. Todos os resultados estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Concentração de K nas diferentes amostras de arroz para os diferentes métodos estudados (n=3).

Amostra	Concentração, $\bar{x} \pm \text{SD}$ (RSD) mg Kg^{-1} (%)		
	HNO_3	TMAH	HNO_3 (Ultrassom)
AB	480,8 \pm 7,49 (1,54)	214,25 \pm 18,0 (8,44)	474,52 \pm 3,94 (0,83)
AI	1904,18 \pm 37,02 (1,93)	747,86 \pm 4,56 (0,61)	2327,28 \pm 68,3 (2,93)

AB: Arroz Branco; AI: Arroz Integral.

A Tabela 2 mostra que a concentração de K nas amostras de AI, são superiores quando comparadas com as amostras de AB. Isto é devido ao processo de beneficiamento do arroz branco, onde há a retirada da casca e

farelo, havendo também a perda de K. Como no processo de beneficiamento do arroz integral não há a retirada tanto da casca quanto do farelo a concentração de K se torna mais evidente.

Para comprovar a exatidão dos três métodos, foram feitas determinações de K em uma Amostra de Referência Certificada (CRM) – NIST 1586a (Farinha de Arroz), apresentando boas recuperações que foram de 99,84 a 100,3%, como são apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3: Quantificação e Recuperação de K em CRM 1586a (n=3).

Amostra	Valor Cert. mg Kg ⁻¹ (x ± SD)	Valor Encontrado, x ± SD (RSD) mg Kg ⁻¹ (%)		
		HNO ₃	TMAH	HNO ₃ (Ultrassom)
Determinação de K				
1586 ^a	0,1280 ± 0,0008	0,1284 ± 0,01 (2,29)	0,1279 ± 0,01 (0,01)	0,1278 ± 0,04 (3,15)
Recuperação (%)				
		100,3	99,92	99,84

As quantificações apresentadas nas Tabelas 2 e 3 mostraram Desvios Padrões Relativos (RSDs) menores que 10%, comprovando assim a precisão dos métodos.

4. CONCLUSÕES

Com isto, todos os métodos apresentaram potencialidades para a determinação de K tanto em amostras de arroz branco quanto integral. Entretanto as condições para a solubilização com TMAH deve ser melhor estudada, pois mostrou concentrações inferiores nas amostras reais, talvez o tipo e variedade do arroz sejam bem diferentes do CRM, dessa forma não se recomenda o uso da solubilização alcalina para as determinações de K.

Para trabalhos futuros, deseja-se a quantificação de outros elementos importantes para a saúde humana que podem ter suas concentrações comprometidas pelo processo de beneficiamento do arroz, como foi comprovado com a inferioridade da concentração de K entre as amostras de arroz branco em relação ao integral.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- LINDER, M. C. **Nutricional Biochemistry and Metabolism with Clinical Applications**. Fullerton, California, 1991. 2 edição.
- HEINEMANN, R.J.B; FAGUNDES, P.L; PINTO, E.A; PENTEADO, M.V.C; LANFER-MARQUEZ, U.M; Comparative study of nutrient composition of commercial brown, parboiled and milled rice from Brazil. **Journal of Food Composition and Analysis**, Vol-18, 287–296, **2005**.
- WALTER, M.; MARCHEZAN, E.; de AVILA, L. A. Arroz: composição e características nutricionais. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.38, n.4, p.1184-1192, jul, **2008**.
- OKADA, I.A; DURAN, M.C; BUZZO, M.L; DOVIDAUSKAS, S; SAKUMA, A.M; ZENEON, O; **Ciência Tecnológica de Alimentos**, Campinas, Vol- 27, 492-497, **2007**.

OKUMURA, F.; CAVALHEIRO, E. T. G.; NÓBREGA, J. A. experimentos simples usando fotometria de chama para ensino de princípios de espectrometria atômica em cursos de química analítica. **Química Nova**, Vol. 27, No. 5, 832-836, **2004**.