

AVALIAÇÃO DO SISTEMA ABERTO COM REFLUXO NO PREPARO DAS AMOSTRAS DE SUCO E ANÁLISE POR TÉCNICAS DE ESPECTROMETRIA ATÔMICA

CAMILA CORRÊA PEREIRA¹; ALEXANDER OSSANES DE SOUZA²; ELIÉZER QUADRO ORESTE²; MARIANA ANTUNES VIEIRA²; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO³

¹ Universidade Federal de Pelotas, LabMeQui/CCQFA – camila.cpereira@hotmail.com

² Universidade Federal de Pelotas, LabMeQui/CCQFA – alexander.souza@hotmail.com; eliezerquadro@gmail.com; maryanavieira@hotmail.com

³ Universidade Federal de Pelotas, LabMeQui/CCQFA – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, estima-se que uma pessoa consuma em média 730 litros por ano de alimentos líquidos. O mercado brasileiro de sucos prontos para beber (néctar) é responsável por movimentar cerca de 250 milhões de litros por ano (ROSA et al., 2006 e IBRAF, 2014). Em geral, os sucos prontos para beber são comercializados em embalagens de vidro, lata e do tipo TetraPak[®], tornando mais fácil o transporte e aquisição por parte da população (FROES et al., 2009).

A incorporação de elementos em produtos alimentícios provenientes da agricultura pode advir da composição do solo, que pode ser alterada a partir de ações antropogênicas ou naturais. Isso se torna uma grande preocupação, visto que metais potencialmente tóxicos podem ser absorvidos pelas plantas, comprometendo assim o produto final que chega até o consumidor (YIN et al., 2014). Dentre os contaminantes que podem ser encontrados em alimentos líquidos destacam-se: Cu (CETESB, 2014), Mg (FOOD INGREDIENTS, 2008), K (FOOD INGREDIENTS, 2008; VANNUCCHI et al., 2007) e Na (FOOD INGREDIENTS, 2008; VANNUCCHI et al., 2007 e WHO, 2010) que em concentrações elevadas podem ser potencialmente tóxicos ao ser humano (TOKALIOĞLU e GÜRBÜZ, 2010).

Dessa forma, é necessário o emprego de métodos analíticos sensíveis e confiáveis para quantificação e controle destes elementos nos sucos, pois assim é possível garantir uma segurança alimentar aos consumidores (HOLLER et al., 2009 e TORMEN et al., 2011). Atualmente, existe a necessidade do desenvolvimento de novos métodos de preparo de amostras que sejam alternativos aos métodos já consagrados na literatura como os sistemas abertos e fechados. Esses podem apresentar, dependendo da matriz e das condições de trabalho, desvantagens como possíveis perdas de analitos por volatilização, necessidade de reposição de reagentes, elevado tempo e o custo operacional. O sistema de refluxo vem se destacando principalmente por apresentar baixo custo e por permitir que os vapores gerados a partir dos reagentes e analitos condensem ao entrar em contato com o dedo frio, retornando assim para a solução, sem que tenha a perda dos mesmos por volatilização (ORESTE et al., 2013).

O presente trabalho tem como objetivo propor um método de preparo de amostras para a determinação de Cu, K, Mg e Na em amostras de sucos industrializados em caixa do tipo longa vida por espectrometria de absorção atômica em chama (F AAS) e espectrometria de emissão atômica em chama (F AES).

2. METODOLOGIA

Foram utilizadas para o desenvolvimento do procedimento proposto e verificação das concentrações dos analitos, quatro amostras de sucos comercializadas em embalagem do tipo TetraPak® nos sabores: morango, manga, pêssego e laranja, os quais foram adquiridos em comércio local na cidade de Pelotas, RS.

Para todas as amostras foram adicionados 15 mL de suco diretamente nos frascos do bloco digestor com a posterior adição de 15 mL de HNO₃ concentrado para a mineralização das amostras, também foi adicionado ao frasco de digestão 20 pérolas de ebulição para evitar projeções da solução. Em seguida, foi acoplado o sistema de refluxo a esses frascos, e levados ao aquecimento por 2 h a 200 °C do bloco digestor. Após o resfriamento das amostras a temperatura de 120 °C, foi adicionado 1 mL de H₂O₂ e as soluções foram encaminhadas novamente ao aquecimento por mais 30 min na mesma temperatura citada anteriormente. Posteriormente, as soluções resultantes foram transferidas para frascos volumétricos e o volume foi completado a 40 mL com água desionizada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros de mérito obtidos para as determinações dos analitos por F AAS e F AES estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros de mérito obtidos para análise das amostras de suco por F AAS e F AES após digestão em copo aberto com sistema de refluxo.

Analito	Faixa Linear (mg L ⁻¹)	a (L mg ⁻¹)	R ²	LD (mg L ⁻¹)	LQ (mg L ⁻¹)
Cu	1 – 4	0,095	0,999	0,028	0,093
Mg	0,1 - 0,5	0,926	0,999	0,008	0,025
Na	0,5 – 2	8565,012	0,990	0,026	0,086
K	0,5 – 2	10215,312	0,997	0,792	2,612

a : coeficiente de correlação angular da curva; LD: limite de detecção; LQ: limite de quantificação; R²: coeficiente de correlação linear.

Conforme visualizado na Tabela 1 é possível observar que foi obtida boa linearidade para todos os analitos investigados ($R^2 > 0,99$), além de baixos LDs e LQs. Já na Tabela 2, é possível observar a concentração dos analitos nas amostras de sucos.

Para avaliar a exatidão do método foi adicionado nas amostras três diferentes concentrações dos analitos, obtendo-se boas recuperações para as concentrações adicionadas aos quais variaram de 86 a 118%. Com relação a precisão dos resultados, em média o RSD obtido para o método proposto foi inferior a 5,0% para todos os analitos estudados.

Para K, as concentrações encontradas em todas as amostras foram relativamente elevadas (aproximadamente entre 230 a 1400 mg L⁻¹). O consumo ideal para adultos é de 3510 mg diários, exceto para atletas que realizam exercícios físicos pesados e rotineiros, necessitando de concentrações diárias mais elevadas pela perda excessiva desse mineral. Para o Mg, foram encontradas concentrações em uma faixa de aproximadamente 8 a 78 mg L⁻¹ em todas as amostras analisadas, tendo como recomendação uma ingestão diária de 260 mg. Já para o Na, a faixa de concentração encontrada aproximadamente nas amostras foi de 7 a 50 mg L⁻¹ para adultos, a ingestão diária recomendada é de no máximo 2000 mg.

Concentrações relativamente baixas foram encontradas para Cu, as quais ficaram em uma faixa aproximada de 0,16 a 0,23 mg L⁻¹ a ingestão diária recomendada para esse elemento está na faixa de 0,033 a 0,05 mg por kg de peso corporal (MONTEIRO e VANUCCHI, 2010; WHO, 2010; WHO, 2012a e WHO, 2012b).

Tabela 2. Determinação de Cu, K, Mg e Na por F AAS e F AES para as amostras de sucos (n=3).

Elemento	Concentração, $x \pm SD$ (mg L ⁻¹) (RSD, %)
Morango	
Cu	< LD
K	231,9 ± 4,9 (2,2)
Mg	8,6 ± 0,2 (2,3)
Na	9,9 ± 0,3 (3,1)
Pêssego	
Cu	0,2 ± 0,01 (5,0)
K	777 ± 9,9 (1,3)
Mg	34,7 ± 2,7 (7,8)
Na	58,8 ± 4,9 (8,5)
Manga	
Cu	0,3 ± 0,01 (3,3)
K	458,9 ± 0,7 (0,15)
Mg	35,7 ± 0,5 (1,4)
Na	7,2 ± 0,1 (1,4)
Laranja	
Cu	0,2 ± 0,01 (5,0)
K	1390,3 ± 20,3 (1,5)
Mg	77,6 ± 3,5 (4,5)
Na	25,4 ± 0,5 (1,9)

< LD: Valores abaixo do limite de detecção; X: média; SD: desvio-padrão; RSD: desvio-padrão relativo.

4. CONCLUSÕES

O método proposto, utilizando o sistema de refluxo adaptado aos tradicionais tubos de digestão convencional mostrou-se eficiente para a mineralização de grandes volumes de amostras de suco, sem risco de perdas de reagentes e dos analitos por volatilização. Bons resultados de recuperação foram encontrados para os analitos, atestando a exatidão do método.

Além disto, é importante salientar que com estes estudos as análises dos sucos líquidos são feitas sem a necessidade de uma etapa de secagem ou utilização de pouca quantidade das amostras, obtendo assim melhores LDs do método. Dessa forma, a metodologia proposta irá contribuir de forma significativa no controle de qualidade dos sucos, garantindo segurança na sua aplicação, devido ao baixo custo de instrumentação, podendo ser utilizado nos diversos laboratórios de análise de rotina.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ROSA, S. E. S.; COSENZA, J. P.; LEÃO, L. T. S. Panorama do setor de bebidas no Brasil. **BNDES Setorial**, n. 23, p. 101 – 150, 2006.

Instituto Brasileiro de Frutas (**IBRAF**). Disponível em: < <http://www.ibraf.org.br>> Acessado em maio de 2014.

FROES, R. E. S.; NETO, W. B.; SILVA, N. O. C.; NAVEIRA, R. L. P.; NASCENTES, C. C.; SILVA, J. B. B. Multivariate optimization by exploratory analysis applied to the determination of microelements in fruit juice by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. **Spectrochimica Acta Part B**, v. 64, p. 619 - 622, 2009.

YIN, P.; QU, R.; LIU, X.; DONG, X.; XU, Q. Analysis of lead in beverage juice using mesoporous cadmium phosphate as a solid phase adsorbent. **Food Chemistry**, v. 148, p. 307 - 313, 2014.

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (**CETESB**). Ficha de Informação Toxicológica (FIT). Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br/userfiles/file/laboratorios/fit/cobre.pdf>> Acessado em abril de 2014.

Food Ingredients Brasil – Dossiê: Os minerais na alimentação – N° 4, 2008. Disponível em: <<http://www.revista-fi.com>> Acessado em abril de 2014.

MONTEIRO, T. H.; VANUCCHI, H. Funções Plenamente Reconhecidas de Nutrientes – Magnésio. **International Life Sciences Institute do Brasil**, v. 16, p. 2 – 20, 2010.

TOKALIOĞLU, Ş.; GÜRBÜZ, F. Selective determination of copper and iron in various food samples by the solid phase extraction. **Food Chemistry**, v. 123, p. 183 - 187, 2010.

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R. **Princípios de de análise instrumental**. 6ª edição, Bookman: Porto Alegre, p. 1059, 2009.

ORESTE, E. Q.; OLIVEIRA, R. M.; NUNES, A. M.; VIEIRA, M. A.; RIBEIRO, A. S. Sample preparation methods for determination of Cd, Pb and Sn in meat samples by GFAAS: use of acid digestion associated with a cold finger apparatus versus solubilization methods. **Analytical Methods**, v. 5, p. 1590 – 1595, 2013.

World Health Organization (**WHO**). Strategies to monitor and evaluate population sodium consumption and sources of sodium in the diet. Report of a joint technical meeting convened by WHO and Government of Canada. Canada, 2010.

World Health Organization (**WHO**). Guideline: sodium intake for adults and children. Geneva, p. 46, 2012a.

World Health Organization (**WHO**). Guideline: Potassium intake for adults and children. Geneva, p. 52, 2012b.