



Determinação de metais em amostras de melado por absorção atômica com chama

RESUMO

Julio Jose Mokarzel Biffi
juliomokarzel@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR, Campo Mourão, Paraná, Brasil

Nelson Consolin Filho
nelconsolin@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR, Campo Mourão, Paraná, Brasil

Eliane Sloboda Rigobello
elisloboda@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR, Campo Mourão, Paraná, Brasil

OBJETIVO: Determinação de metais essenciais Mn, Fe, Zn e Cu em amostras de melado de cana-de-açúcar por absorção atômica com chama (FAAS). **MÉTODOS:** Foram analisadas 13 amostras de melado produzidas e comercializadas nas regiões Sul e Sudeste do Brasil. As soluções de melado foram preparadas pesando-se 6 g de amostra e avolumadas para 50 mL com água purificada pelo sistema *TKA- GenPure*, fazendo-se diluições conforme necessário. Foram avaliados os parâmetros de linearidade, limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ), precisão, exatidão e recuperação de acordo com a Re 899/2003 da ANVISA. **RESULTADOS:** Os LQ obtidos foram de 0,006; 0,024; 0,01 e 0,08 mg 100 g⁻¹ para Mn, Zn, Fe e Cu, respectivamente, demonstrando boa sensibilidade analítica. As curvas analíticas para todos os metais estudados apresentaram boa linearidade na faixa de concentração investigada, com valores de $F_{regressão} \gg F_{crítico}$ e com coeficiente linear $\geq 0,97$. O método foi preciso (DPR < 15%), porém com exatidão entre 55 e 85% e recuperação entre 49 a 82%. Os valores mínimos e máximos dos metais determinados foram: 0,23 a 2,45 mg Mn 100 g⁻¹; 0,10 a 0,64 mg Zn 100 g⁻¹; 1,11 a 16,55 mg Fe 100 g⁻¹ e o Cu não foi detectado. **CONCLUSÕES:** Verificou-se que há variação na composição mineral nos produtos de cada região, isso ocorre devido desde a composição do solo até o preparo final do produto. O método empregado não foi sensível para a quantificação de cobre devido à baixa concentração desse mineral na amostra.

PALAVRAS-CHAVE: Cana-de-açúcar. Melado. Metais. Absorção atômica com chama.

INTRODUÇÃO

A composição química da cana-de-açúcar é bastante variável, em função das condições climáticas, das propriedades físico-químicas e microbiológicas do solo, do tipo de cultivo, da variedade de cultura, do estágio de maturação e da idade, condições climáticas, tipo de colheita e outros fatores. Da sua composição, 99% são devidos aos elementos hidrogênio, oxigênio e carbono, sendo o restante outros elementos. A distribuição destes elementos no colmo, em média, é de 74,5% em água, 25% de matéria orgânica e 0,5% em matéria mineral (PARANHOS, 1987).

Os minerais essenciais promoverem desde a constituição de ossos, músculos, sangue até as células nervosas do corpo humano. Os minerais possuem uma grande importância, no mesmo nível das vitaminas, mas o organismo não o produz, logo é necessária ingestão de fontes externas, como alimentos e suplementos alimentares (LOHMANN, 2008).

O melado é fabricado a partir do caldo da cana de açúcar que é aquecido até atingir uma temperatura de 70 °C, ganhando sua consistência característica. Porém a produção de melado não é muito explorada pelos grandes produtores de cana-de-açúcar que visam a exportação, mas é uma opção para produtores de pequena escala e ainda mais para os produtores de cachaça, açúcar mascavo e de rapadura (SEBRAE, 2015).

A técnica da espectrometria de absorção atômica por chama (FAAS) determina quantitativamente mais de 70 elementos metálicos. Esses métodos são capazes de detectar quantidades na ordem de mg L⁻¹ e µg L⁻¹, e em alguns casos com concentrações ainda menores, além de ser rápida (SKOOG, 2005). Diante disso, neste trabalho o objetivo foi quantificar metais essenciais por via direta e FAAS em amostras de melado das regiões Sul e Sudeste do Brasil.

MÉTODOS

As vidrarias foram limpas com banho em solução de HNO₃ 5% (v/v) (Sigma-Aldrich) por 24 h e lavadas com água purificada obtida através do sistema de purificação TKA- GenPure (Thermo Scientific, Alemanha).

As soluções padrões de Mn, Zn, Fe e Cu foram preparadas diariamente a partir de diluições de soluções padrão de 100 e 1000 mg L⁻¹ (SpecSol). O LD e o LQ foram estabelecidos a partir do desvio padrão (DP) das absorvâncias de 10 medidas do branco (água purificada) e o coeficiente angular (b) da curva analítica do analito. As curvas analíticas foram construídas contemplando o LQ, para o Mn de 0,2 a 1,6; Zn de 0,1 a 2,0; Fe de 1,0 a 5,0 e Cu de 0,1 a 1,6 mg L⁻¹. A linearidade foi avaliada pela análise de regressão linear e teste de regressão do ANOVA.

O preparo de amostra foi feito por via direta com 6,0 g de amostra em 50,0 mL de água purificada, baseado no método desenvolvido por Andolfatto (2016). Para a quantificação de cada metal foi feito inicialmente a ingestão de um branco, dos padrões e em seguida as 13 amostras sequencialmente. A lâmpada de correção de fundo e a altura juntamente com a inclinação horizontal do queimador foram alinhadas automaticamente.

A precisão, exatidão e recuperação foram avaliadas para o ferro comparando os resultados de uma amostra de melado selecionada (1g de melado em 50 mL de água) fortificadas a partir de dois níveis de concentração de ferro: 1 mg L⁻¹ e 3 mg L⁻¹, contemplando a faixa de linearidade do método. Esses parâmetros foram avaliados com base na Re 899/2003 da ANVISA (BRASIL, 2003).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os LD e LQ para os metais Mn, Zn, Fe e Cu foram: 0,002 e 0,005; 0,006 e 0,02; 0,014 e 0,05; 0,02 e 0,07, respectivamente. Sabendo-se o LQ, para cada elemento, foram construídas as curvas analíticas de concentrações conhecidas na faixa linear. Na Tabela 1 são apresentadas as equações das retas e a análise de regressão da ANOVA.

Tabela 1 – Equações das Curvas Analíticas e Regressão Linear.

Metais	Equações da reta	Coefficiente Linear R ²	F _{obs}	Valor-p
Mn	y = 0,1233x + 0,0036	0,999	8919,7	0,0681
Fe	y = 0,0552x + 0,0077	0,998	321,9	0,0126
Zn	y = 0,18x + 0,024	0,987	2449,89	0,0615
Cu	y = 0,0396x + 0,0584	0,975	157,07	0,0035

Fonte: Autoria própria (2017). F_{obs}: Observado

Os coeficientes de correlação linear (R) para as curvas de padrão externo variaram entre 0,976 e 0,999, indicando uma possível relação linear entre a absorbância e a concentração. Os elevados valores de F_{observado} indicam que os modelos gerados pelos dados das curvas analíticas estabelecem uma relação linear entre a concentração e a absorbância, para todos os metais avaliados. Esse fato é ressaltado pelos valores e p próximos e < 0,05, indicando que dentro do nível de significância utilizado (95% de confiança), os valores de F_{observado} são significativos.

Na Tabela 2 estão apresentados os resultados de precisão, exatidão e recuperação para o mineral ferro em melado.

Tabela 2 - Precisão, exatidão e recuperação do Ferro em amostra de melado.

Nível Fortificação (mg Fe/L)	DPR %	Exatidão %	Recuperação %
1	4,8	70,3	61,8
		70,3	61,8
		55,4	48,7
		84,8	74,5
		68,5	60,2
3	7,0	76,4	74,6
		83,9	82,0
		68,5	66,9
		69,6	68,0
		61,4	59,9

Fonte: Autoria própria (2017).

Na tabela 3 são apresentados os resultados das análises de determinação de metais indicando uma diversidade na composição mineral das amostras de melado de cana-de-açúcar, qual alimento é pouco estudado e sendo considerado de um modo geral um produto artesanal. Esta observação era esperada, visto que, as características do melado são influenciadas por diversos fatores, como variedade da cana, clima, solo, período da safra, forma de extração, preparo do produto, sendo ele orgânico ou industrializado, entre outros.

Nota-se também pelos resultados obtidos que o melado pode ser considerado uma fonte de ferro, pois o mesmo atinge o mínimo de 15% de

composição mineral referente ao índice de ingestão diária recomendada pela ANVISA para adultos e crianças.

Tabela 3 – Resultado de metais em amostras de melado por FAAS em mg de mineral por 100 g de amostra de melado.

Amostras	Mn mg 100g ⁻¹	Zn mg 100 g ⁻¹	Fe mg 100 g ⁻¹	Cu mg 100 g ⁻¹
M1	0,61	0,24	14,76	ND
M2	1,64	0,56	7,45	ND
M3	1,66	0,64	16,55	ND
M4	1,22	0,10	3,02	ND
M5	1,45	0,55	1,11	ND
M6	0,27	0,26	3,18	ND
M7	0,23	ND	1,62	ND
M8	0,43	ND	3,85	ND
M9	0,16	ND	1,16	ND
M10	1,29	0,15	3,99	ND
M11	2,45	0,18	12,03	ND
M12	2,03	ND	2,61	ND
M13	0,31	0,39	1,18	ND

Fonte: Autoria própria (2017).

O metal Cobre (Cu) não foi detectado pelo método de via direta em FAAS, isso ocorreu devido ao mesmo estar em baixas concentrações no alimento estudado. Diante disso, nota-se que a detecção de metais à nível de traços necessita de métodos analíticos e experimentais diferentes, desde o preparo de amostra e dependendo até o método de detecção.

CONCLUSÃO

Os valores de minerais encontrados nas amostras estudadas possuem um valor nutricional considerável em sua maioria, em média a maioria das amostras atendeu aos parâmetros estabelecidos pela legislação brasileira da ANVISA nº 54 de 2012. Conclui-se que é importante o conhecimento da composição mineral em alimentos para suprir as necessidades do corpo e manter uma vida saudável e equilibrada.

Sendo assim é notável que um mesmo tipo de produto derivado da cana-de-açúcar de diferentes regiões do país apresentam características bastante variáveis, isso acontece devido desde o diferente solo de plantação da cana-de-açúcar, recipiente de produção e até mesmo a variação das concentrações na fabricação para atingir o produto final do melado.

Determination of metals in molasses samples by flame atomic absorption

ABSTRACT

OBJECTIVE: The purpose this study was direct determination of Mn, Zn, Fe and Cu in molasses of sugar cane samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS). **METHODS:** Thirteen samples of molasses produced and marketed in South and Southeast regions of Brazil were analyzed. The molasses solutions were prepared by weighing 6 g of sample and added to 50 ml with water purified, making dilutions as needed. To confirm the reliability of the method, were evaluated limit detection (LD) and quantification (LQ), linearity, precision, accuracy and recovery according to Re 899/2003 da ANVISA. **RESULTS:** The LQs obtained were of 0.006; 0.024; 0.01 and 0.08 mg 100 g⁻¹ for Mn, Zn, Fe and Cu, respectively, indicating good analytical sensitivity. Analytical curves of presented good linearity in the concentration range investigated, with values of $F_{\text{regression}} \gg F_{\text{critical}}$ and linear coefficient ≥ 0.97 . The method presented DPR < 15%, but the accuracy was between 55 and 85% and recovery between 49 and 82%. The minimum and maximum values of the determined metals were: 0.23 to 2.45 mg Mn 100 g⁻¹; 0.10 to 0.64 mg Zn 100 g⁻¹; 1.11 to 16.55 mg Fe 100 g⁻¹ and Cu was not detected. **CONCLUSIONS:** It was verified with this work that there is variation in the mineral composition in the products of each region, this occurs due to the composition of the soil until the preparation of the final product. The method employed was not sensitive for copper quantification due to the low concentration of this mineral in the sample.

KEYWORDS: Sugar cane. Molasses. Metal. Flame Atomic Absorption Spectrometry.

REFERÊNCIAS

- ANDOLFATTO, S. **Desenvolvimento e validação de metodologia analítica para a determinação direta de Mn, Zn, Fe e Mg em melado e melaço de cana utilizando a espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS)**. 2016. 90p. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Estadual do Centro-Oeste, Guarapuava, PR.
- BRASIL. ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução nº 899, de 29 de maio de 2003. Guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos. **Diário Oficial da União**, 02 junho 2003.
- BRASIL. ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. RDC nº 54, de 12 de novembro de 2012. Regulamento Técnico sobre Informação Nutricional Complementar. **Diário Oficial da União**, 12 novembro 2012.
- LOHMANN, P. Dossiê: os minerais na alimentação. **Food Ingredients Brasil**, n 4, 2008. Disponível em: <<http://www.revista-fi.com/materias/52.pdf>>. Acesso: 5 junho 2017
- PARANHOS, S. B. **Cana de açúcar. Cultivo e utilização**. Campinas: Fundação Cargill, v.1, p. 431, 1987.
- SEBRAE. **Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas empresas**. 2015. Disponível em: <<http://www.sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/artigos/A-fabrica%C3%A7%C3%A3o-do-melado>>. Acesso em: 05 maio 2017.
- SKOOG; WEST; HOLLER; CROUCH. **Fundamentos de química analítica**. ed. 8, Thomson, p.797-821, 2005.

Recebido: 31 ago. 2017.

Aprovado: 02 out. 2017.

Como citar:

BIFFI, J. J. M. et al. Determinação de Metais em Amostras de Melado por Absorção Atômica com Chama. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22., 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em: <<https://eventos.utfpr.aedu.br/sicite/sicite2017/index>>. Acesso em: XXX.

Correspondência:

Julio Jose Mokarzel Biffi

Rua Mato Grosso, número 2322, Bairro Centro, Campo Mourão, Paraná, Brasil.

Direito autoral:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-NãoComercial 4.0 Internacional.



