

## **DETERMINAÇÃO DOS TEORES DE MINERAIS EM AMOSTRAS DE CATCHUP E MAIONESE POR FOTOMETRIA DE EMISSÃO ATÔMICA COM CHAMA**

Lidiane Gonçalves da Silva (1); Allan Nilson de Sousa Dantas (2).

*(1 Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do RN, Campus Nova Cruz, lidiane.g@academico.ifrn.edu.br; 2 Instituto Federal do Rio Grande do Norte – Campus Nova Cruz, allan.dantas@ifrn.edu.br)*

**Resumo:** Foram determinados os teores de Na e K em amostras de catchup e maionese de diferentes fabricantes ( $n = 4$ ). As amostras passaram por um processo de decomposição por via úmida assistida por radiação infravermelha, em seguida os teores de Na, Li e K foram determinados através de Fotometria de Emissão Atômica com chama. Para facilitar a interpretação dos resultados obtidos, dois métodos de análise exploratória de dados foram aplicados: Análises por Componentes Principais (PCA) e Análise Hierárquica de Grupos (HCA). Os resultados mostraram que a metodologia de preparo de amostra desenvolvida é rápida e de baixo custo, possibilitando quantificar o teor de sódio e potássio em amostras de catchup e maionese de diferentes fabricantes. A análise por componentes principais (PCA) possibilitou uma interpretação multivariada dos resultados, descrevendo 97% da variação total dos dados e fornecendo informações discriminatórias das amostras, agrupando-as entre si de acordo com as diferenças nos teores de minerais encontrados.

**Palavras-chave:** Espectrometria, catchup, maionese, análise exploratória de dados, PCA, HCA.

### **Introdução**

O catchup e a maionese são molhos industrializados amplamente consumidos pela população. O catchup é obtido através da polpa de tomates, enquanto a maionese é produzida utilizando ingredientes como ovos, óleos vegetais dentre outros ingredientes. Em ambos os molhos o sódio sempre se encontra presente, sendo adicionado tanto na forma de sal como o NaCl, quanto pela adição de aditivos químicos, como corante e conservantes por exemplo (OLIVEIRA et al., 2011).

Os minerais atuam regulando o metabolismo de enzimas, a pressão osmótica e no sistema nervoso (MORGANO, 1999). O sódio atua na manutenção da homeostase corporal, no bom funcionamento do coração, etc, no entanto seu consumo em excesso pode resultar em doenças cardiovasculares e renais (BRASIL, 2011). O potássio junto com sódio mantém a frequência cardíaca e pressão arterial normais e atua na transmissão de impulsos nervosos.

A quantificação de Na e K pode ser realizada por fotometria de emissão atômica em chama. Esta técnica se baseia na espectroscopia de emissão atômica e faz uso da chama como fonte de energia na etapa de excitação, e como responsável pela atomização da amostra (OKUMURA et al, 2004,). Os íons metálicos que constituem a amostra ao receber energia quando esta é inserida na chama, passam para um nível de energia superior (estado excitado). Ao retornar para o nível energético de origem (estado fundamental) liberam a energia

absorvida no processo de excitação em comprimentos de onda específicos de cada elemento, tornando possível sua quantificação (MESQUITA, 2014).

Na espectroscopia de emissão atômica em chama é necessário que a amostra esteja em solução (SKOOG; HOLLER; CROUCH, 2009). Sendo assim amostras que se encontram no estado sólido devem passar por um pré-tratamento para conversão em uma forma física apropriada para a análise (VIAN et al, 2017). O preparo de amostras é a etapa mais crítica da análise é passível de contaminação e perda de elementos por volatilização (MORGANO, 1999). Além disso, os processos de mineralização podem apresentar um alto custo de forma que o uso de novas tecnologias e o desenvolvimento de equipamentos simples e de baixo custo são de grande interesse para a digestão de amostras

Desta forma, esse trabalho teve por objetivo desenvolver uma metodologia rápida e de baixo custo para determinação de Na e K em amostras de catchup e maionese, utilizando um sistema de decomposição por via úmida assistida por radiação infravermelha para o preparo das amostras e métodos quimiométricos como Análise de Componentes Principais (PCA) e Análise Hierárquica de Agrupamentos (HCA) para facilitar a interpretação dos resultados.

### **Metodologia**

Foram adquiridas amostras de catchup e maionese de diferentes fabricantes (n = 4). No processo de decomposição por via úmida misturas contendo 3,0 mL de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub> 63% p/v Vetec), 2,0 mL de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% p/v Vetec) e 1,0 g de amostra foram submetidas a um programa de aquecimento utilizando radiação infravermelha e controlada via Arduíno a uma temperatura de 120 °C num intervalo de 30 min.

Após a etapa de mineralização, os digeridos foram transferidos quantitativamente para tubos tipo Falcon® e aferidos para 15 mL com água ultrapurificada em um sistema Milli-Q (Millipore). Posteriormente foram determinados os teores de sódio e potássio por fotometria de emissão em chama utilizando um fotômetro de chama (BFC – Benfer).

### **Resultados e discussão**

Após a digestão das amostras, os digeridos de catchup apresentaram aspecto límpido, com uma pequena coloração avermelhada na solução, enquanto que as amostras de maionese apresentaram aspecto límpido com ausência de cor no digerido final. Após esta etapa, foram quantificados os teores de Na e K. Os resultados obtidos estão representados na tabela abaixo (tabela 1).

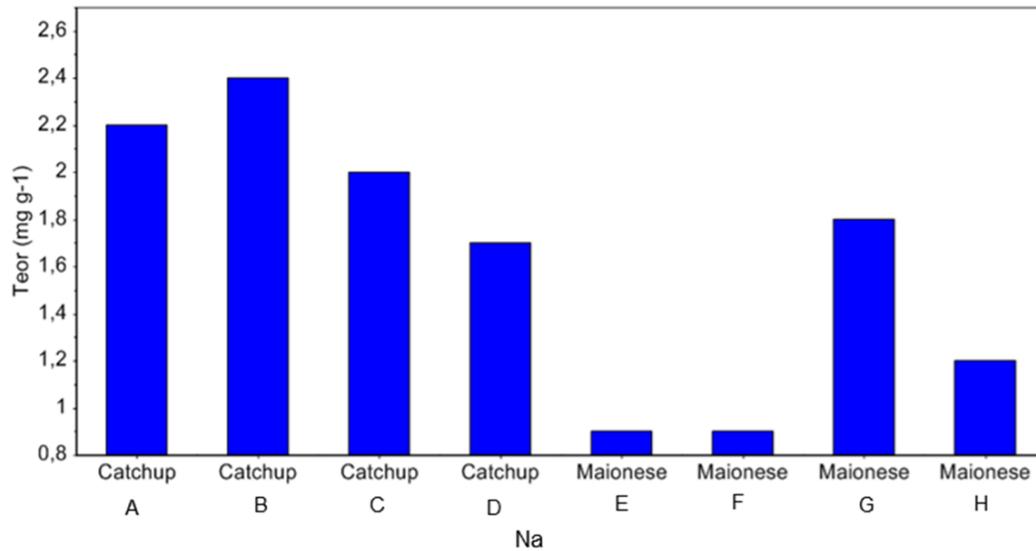
**Tabela 1-** Teores de sódio e potássio obtidos em amostras de catchup e maionese após decomposição por radiação infravermelho (**média ± desvio padrão, n= 3**)

AMOSTRA	FABRICANTE	TEOR (mg g <sup>-1</sup> )	
		Na	K
CATCHUP	A	2,2 ± 0,1	0,9 ± 0,0
	B	2,4 ± 0,1	1,5 ± 0,0
	C	2,0 ± 0,2	3,0 ± 0,1
	D	1,7 ± 0,0	3,0 ± 0,0
MAIONESE	E	0,9 ± 0,0	1,8 ± 0,0
	F	0,9 ± 0,0	1,8 ± 0,5
	G	1,8 ± 0,2	4,1 ± 0,8
	H	1,2 ± 0,3	1,2 ± 0,0

Fonte: Autor, 2018.

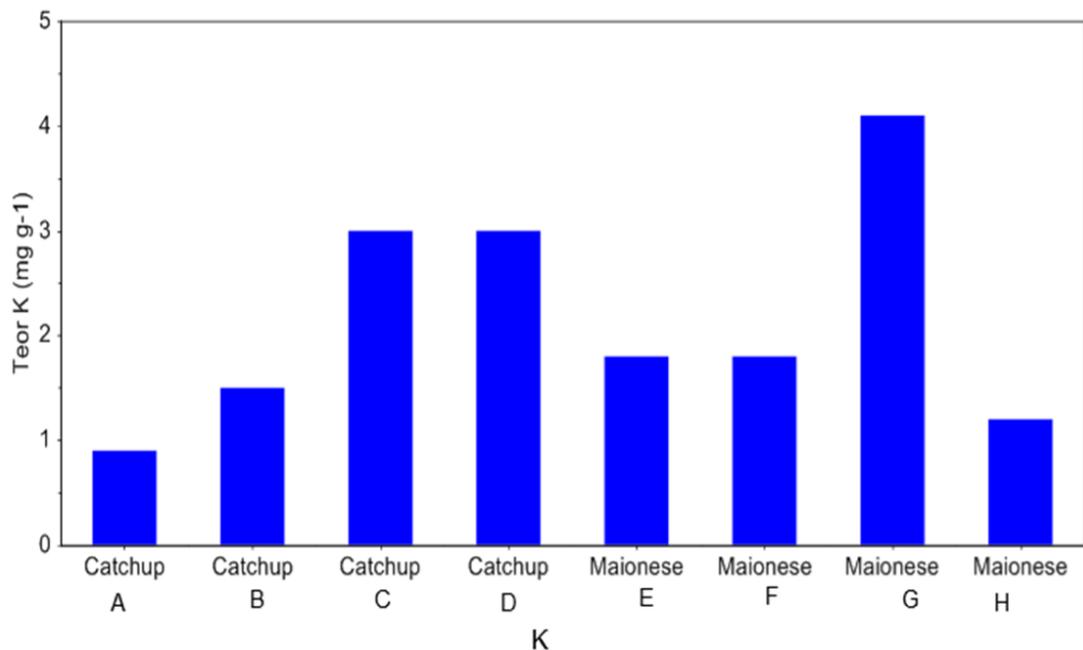
O teor máximo observado de sódio em amostras de catchup foi de 2,4 mg g<sup>-1</sup> (fabricante A), enquanto para as amostras de maionese o valor máximo observado foi de 1,8 mg g<sup>-1</sup> (fabricante G). O teor máximo observado de potássio nas amostras de catchup foi de 2,99 mg g<sup>-1</sup> (fabricante D), para as amostras de maionese o valor máximo observado foi de 4,1 mg g<sup>-1</sup> (fabricante G) (figuras 1 e 2).

**Figura 1** - Teores de sódio obtidos em amostras de catchup e maionese para os diferentes fabricantes.



Fonte: Autor, 2018

**Figura 2** - Teores de potássio obtidos em amostras de catchup e maionese para os diferentes fabricantes.



Fonte: Autor, 2018.

Através das figuras 1 e 2 é possível observar que os fabricantes de catchup B e C e o fabricante de maionese G foram os que apresentaram maior teor de Na, enquanto que os fabricantes de catchup C e D foram os que apresentaram maior teor de K, apresentando os mesmos valores. Dos quatro fabricantes de maionese analisados, a maionese G foi a que apresentou maior teor de K.

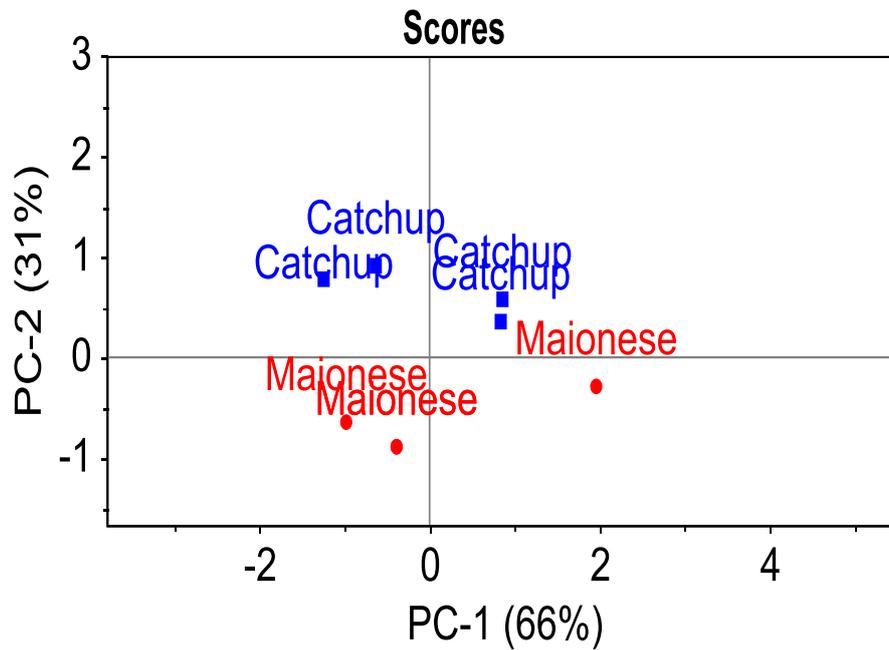
Técnicas de análises multivariadas foram aplicadas aos valores de minerais obtidos nas amostras. O método de análise por componentes principais (PCA) foi aplicado com o objetivo de facilitar a visualização da correlação entre amostras e variáveis. O método de análise por agrupamento hierárquico (HCA) foi utilizado a fim de obter informações sobre as similaridades apresentadas pelas amostras com base nos teores de minerais determinados para as amostras de catchup e maionese dos diferentes fabricantes.

A representação gráfica das componentes principais permite a caracterização dos minerais presentes nas diferentes amostras de molhos estudadas. Os gráficos dos dois primeiros eixos (PCs) que estão associados a cada variável (Na e K) são mostrados nas Figuras 3, 4 e 5. Verifica-se que as componentes PC1 e PC2 descrevem 97% da variação total dos dados e fornecem informações discriminatórias das amostras. A primeira componente principal (PC1) descreve 66% da variação total e a segunda (PC2) 31%. A figura 3 apresenta o gráfico de scores e observam-se dois agrupamentos, um referente às amostras de molho catchup e outro às amostras de maionese. Pode-se observar, também na figura 3 que duas marcas de maionese se encontram num mesmo ponto, sendo estas correspondentes aos fabricantes E e F.

Já a figura 4 está relacionando a correlação entre os diferentes fabricantes de acordo com a composição química das amostras, estes foram agrupados entre si de acordo com as diferenças nos teores de minerais encontrados. Na primeira componente principal (PC1) os fabricantes de catchup (A e B), e os fabricantes de maionese (H, E e F) apresentam menores valores de scores (Figura 4) e estão separadas das demais por apresentar menores teores dos minerais Na e K. Os fabricantes de maionese E e F, foram aqueles que se mantiveram próximos nas duas componentes principais, indicando que seus teores de minerais diferenciam menos. Enquanto que na segunda componente principal (PC2) há a separação das amostras de catchup das amostras de maionese, de forma que estas últimas apresentaram menores valores de scores.

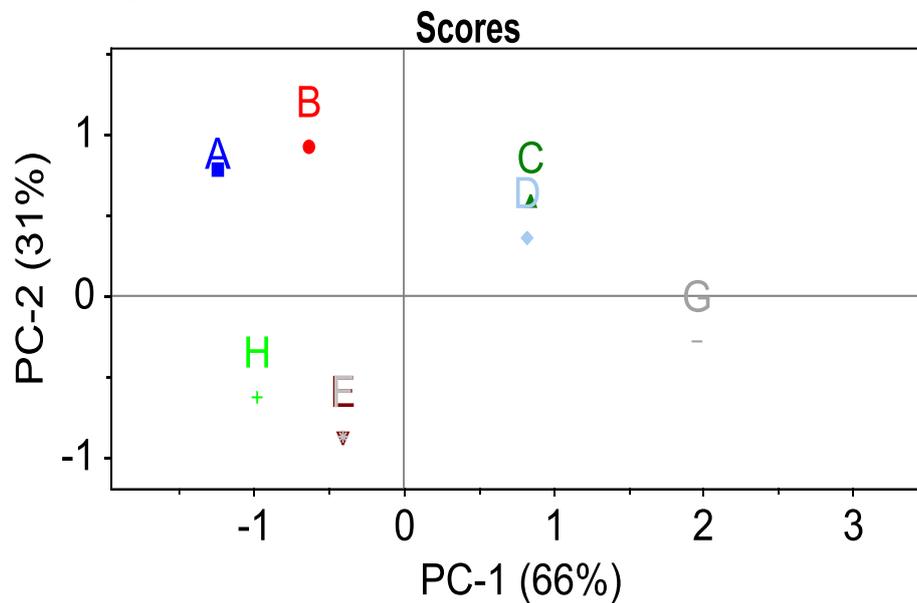
O gráfico dos loadings na figura 5 mostra a influência das variáveis sobre as amostras. Os fabricantes de catchup foram os que apresentaram maior teor de sódio. A amostra referente ao fabricante G está mais afastada das demais pelo fato de apresentar maior teor de potássio.

**Figura 3** - Gráfico de scores da PCA (PC1 VS PC2) para determinação de Na e K em amostras de catchup e maionese



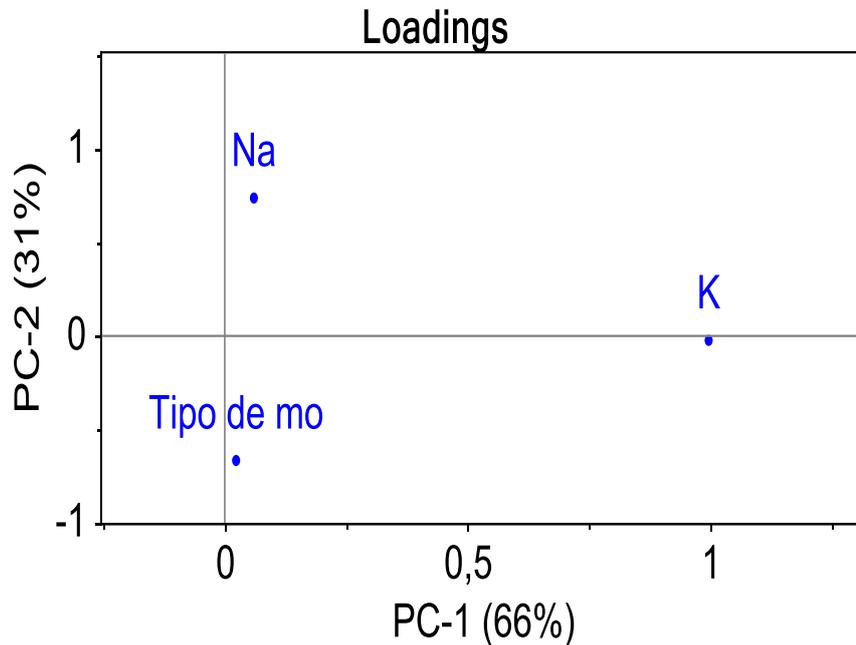
fonte: Autor, 2018.

**Figura 4** - Gráfico de scores da PCA (PC1 VS PC2) para determinação de Na e K em amostras de catchup e maionese, referente aos fabricantes



Fonte: Autor, 2018.

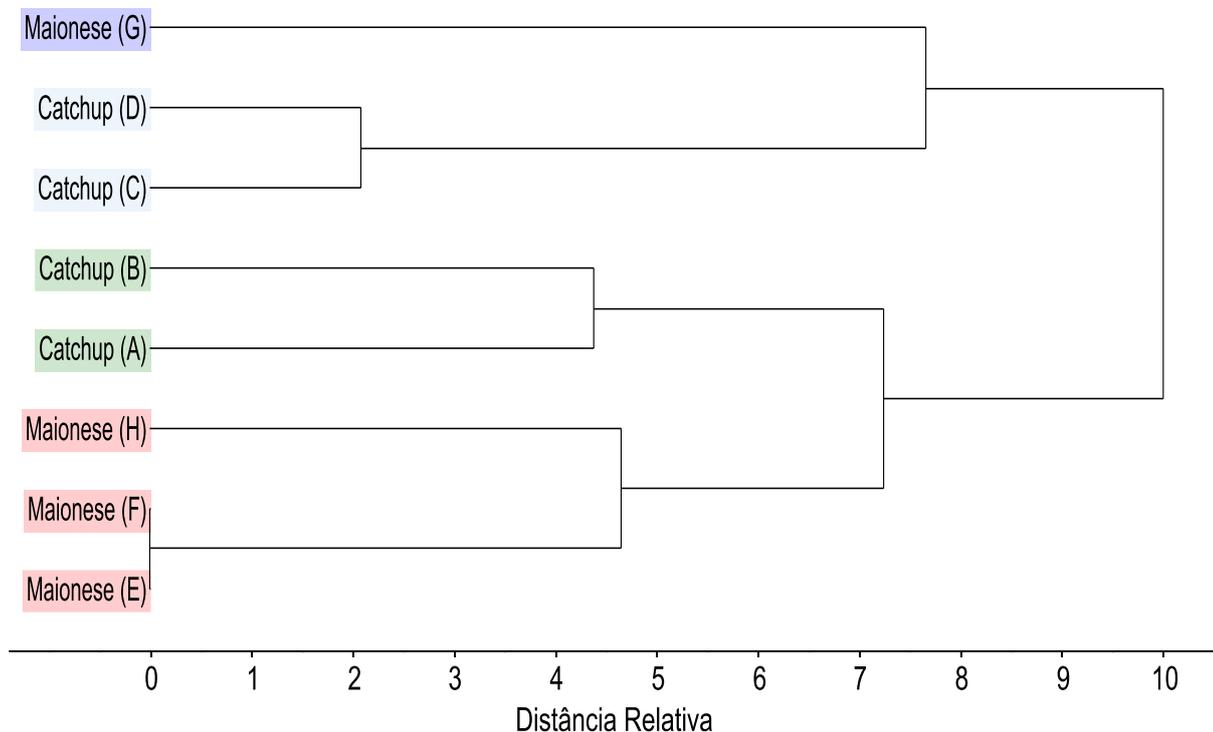
**Figura 5** - Gráfico de loadings da PCA ( PC1 VS PC2) para determinação de Na eK em amostras de catchup e maionese.



Fonte: Autor, 2018.

A análise hierárquica de agrupamentos (HCA) complementa a análise de componentes principais (PCA), sendo uma outra forma de visualizar as similaridades na composição mineral dos fabricantes de catchup e maionese. O grau de similaridade entre as amostras varia entre 0 e 10 (figura 6). Com um grau de similaridade de aproximadamente 7, destacam-se 4 grupos de molhos: (maionese G), (Catchup D e C), (Catchup B e A), (Maionese H, F e E).

**Figura 6** - Análise hierárquica de grupos para as amostras de Catchup e Maionese para os diferentes fabricantes



Fonte: Autor, 2018.

No dendrograma, o agrupamento (Catchup D e C) foi o que apresentou maior similaridade, uma vez que foi o que apresentou menor distância euclidiana. Estes grupos correspondem aos mesmos grupos formados pelas duas componentes principais evidenciando a importância de usarmos conjuntamente estes dois tipos de análises para a interpretação dos resultados.

### **Conclusão**

Através de uma metodologia rápida e de baixo custo foi possível quantificar o teor de sódio e potássio em amostras de catchup e maionese de diferentes fabricantes. A análise por componentes principais (PCA) possibilitou uma interpretação multivariada dos resultados, descrevendo 97% da variação total dos dados e fornecendo informações discriminatórias das amostras, agrupando-as entre si de acordo com as diferenças nos teores de minerais encontrados. As amostras de catchup foram as que apresentaram maior teor de sódio, destacando-se os fabricantes A e B. O fabricante de maionese G foi o que mais se distanciou das demais devido o alto teor de potássio encontrado. A análise hierárquica de grupos foi

(HCA) utilizada para complementar os resultados da PCA, confirmando seus resultados e agrupando as amostras de acordo com suas similaridades.

### Referências

BRASIL. AGENCIA NACIONAL DE VIGILANCIA SANITÁRIA. **Resolução Nº. 276 de 22 de Setembro de 2005**. Disponível em: <<http://www.pelotas.rs.gov.br/>> Acesso em 07 de Agos.2017.

BRASIL. Portal Brasil. **Saúde fará evento para definir estratégias da luta pela redução do sal no alimentos**. 2011 Disponível em <<http://www.brasil.gov.br/>> Acesso em acessado em 07 de abril de 2017.

MESQUITA, G. M. **Metodologias de preparo de amostras e quantificação de metais pesados em sedimentos do Ribeirão Samambaia, Catalão-GO, empregando Espectrometria de Absorção Atômica**. Dissertação (Mestrado em Química) - Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal de Goiás (UFG), Catalão 2014.

MORGANO, M. A. et al. **Determinação dos teores de minerais em sucos de frutas por espectrometria de emissão óptica em plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)**. Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas , v. 19, n. 3, p. 344-348, Dez. 1999. Disponível em: <<http://www.scielo.br/scielo.php>>. Acesso em 22 Jan. 2018.

OKUMURA, F.; CAVALHEIRO, É. T. G.; NOBREGA, J. A.. **Experimentos simples usando fotometria de chama para ensino de princípios de espectrometria atômica em cursos de química analítica**. Quím. Nova, São Paulo, v. 27, n. 5, p. 832-836, Out. 2004.

OLIVEIRA, A. G. S. et al. **Os sachês de catchup e maionese como tema gerador no ensino de funções químicas inorgânicas**. Revista Ibero-americana de Educação. n.º 56/4, p 2-3. 15 de Nov. 2011.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F.J.; CROUCH, S.R. **Princípios de Análise Instrumental**. 6. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2009.

VIAN, M. et al. **Green solvents for sample preparation in analytical chemistry**. Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry 5 p. 44–48, Jun 2017. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com>>. Acesso em 6 Nov. 2017