

ESTUDO TERMOGRAVIMÉTRICO DE CARNES BOVINA PARA O PREPARO DAS AMOSTRAS POR VIA ÚMIDA E ANÁLISES POR AAS

GRIEP, Jordana¹; TAVARES, Fabiele¹; ORESTE, Eliézer²; RIBEIRO, Anderson Schwingel²

¹Curso de Graduação em Química Industrial; ²Universidade Federal de Pelotas, Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, jordanagriep@hotmail.com

1 INTRODUÇÃO

A participação brasileira no comércio internacional vem crescendo a cada ano, destacando-se a produção de carne bovina, suína e de frango. No entanto, uma considerável desvantagem com respeito a exportação de produtos alimentícios do Brasil, um país em desenvolvimento, para os membros da União Europeia, são os altos níveis de contaminantes, destacando-se Cd e Pb.¹

O Cd no organismo humano causa distúrbios gastrintestinais provocados por ingestão de alimentos ou bebidas contaminadas, e a pneumonite química. Nos rins ele acumula-se no córtex renal, provocando alterações morfológicas e funcionais. A intoxicação por Pb leva à anemia, neuropatia periférica e a alterações cognitivas em adultos e crianças. Também provoca complicações renais, hipertensão, doenças cérebro vasculares, perda de apetite, distúrbios digestivos e cólicas abdominais.² Com isso, torna-se evidente a necessidade do desenvolvimento de novas pesquisas para a determinação e quantificação de prováveis contaminantes em produtos que sejam destinados a exportação ao mercado europeu.

A espectrometria de absorção atômica (AAS - *Atomic Absorption Spectrometry*) é uma das técnicas mais utilizadas no controle de qualidade de alimentos, para determinação e quantificação de metais pesados em baixas concentrações, pois tem a capacidade de determinar diversos elementos em amostras líquidas, sólidas, em suspensão, ou ainda no estado gasoso. A técnica mostra-se vantajosa frente outras técnicas por apresentar menor custo de equipamento e operacional, facilidade de operação e reduzido número de linhas espectrais, o que acarreta uma possibilidade de minimização de interferência por sobreposição de linhas, quando comparada com emissão atômica.³

A determinação e a quantificação de contaminantes passa por uma etapa importante de preparo das amostras, onde a matriz deve ser digerida para evitar possíveis interferências nas medidas dos metais pesados por AAS. No presente trabalho, foi desenvolvida uma metodologia para digerir a matriz orgânica das amostras de carne bovina, sendo que a eficiência desta metodologia de digestão foi verificada por análise termogravimétrica (TGA – *Thermogravimetric Analysis*).

A análise termogravimétrica é definida como um processo contínuo que envolve a medida da variação de massa de uma amostra em função da temperatura (varredura de temperatura), ou do tempo a uma temperatura constante (modo isotérmico). A amostra pode ser aquecida ou resfriada, a uma velocidade selecionada, ou pode ser mantida a uma temperatura fixa, visando a sua decomposição térmica.⁴ Sendo assim, a técnica permite verificar a extensão da digestão da matriz orgânica das amostras de carne bovina e dessa forma, pode-se avaliar a eficiência da metodologia empregada nesta etapa. Além disso, a

quantidade de reagentes que deve ser utilizada na etapa de digestão é sempre referida a amostra seca, de modo que o conhecimento do teor de umidade da amostra é importante para a otimização da metodologia de digestão. Assim, a técnica de TGA foi utilizada para verificar a presença de umidade nas amostras iniciais e de matriz orgânica após a etapa de digestão, permitindo uma melhor otimização da metodologia de digestão das amostras para posterior quantificação de Cd e Pb por AAS.

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Primeiramente determinou-se o teor de umidade das amostras de carnes *in natura* e processadas utilizando-se o método clássico, onde inicialmente pesou-se aproximadamente 1,0 g de carne bovina e levou para a estufa. De tempo em tempo, retirou-se a mesma da estufa e colocou-a no dessecador até voltar à temperatura ambiente para realizar a pesagem. Este procedimento foi repetido até que não observou-se mais variação na massa de amostra, ou seja, até peso constante.

A amostra seca foi submetida a digestão por via úmida, onde pesou-se 0,5 g de amostra seca e adicionou-se 2 mL de HNO₃. Utilizou-se um dedo frio acoplado aos tubos de digestão promovendo assim, um maior poder de oxidação do ácido inorgânico, já que o sistema possibilita a aplicação de uma temperatura de aquecimento do bloco digestor de 220 °C (100 °C acima do ponto de ebulição do HNO₃) sem perdas do ácido no processo. O processo de digestão ocorreu em apenas 1 hora.

Aproximadamente 5 mg de amostra inicial e digerida de carne processada foram utilizadas para determinar o teor de umidade e de matéria orgânica. Para a amostra inicial, foi determinado o teor de umidade, enquanto para a amostra digerida, foi observado se a matriz orgânica havia sido completamente digerida pela metodologia proposta. As análises de TGA foram realizadas em um equipamento DTG da Shimadzu-TA 60. As amostras foram aquecidas numa faixa de temperatura de 40 °C a 600 °C sob atmosfera de N₂ com fluxo de 50 mL min⁻¹ e taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tab. 1 estão demonstrados os valores obtidos para a determinação do teor de umidade para as amostras de carne *in natura* e processada pelo método clássico e pela análise de TGA.

Tabela 1: Resultados obtidos para o teor de umidade pelos dois métodos estudados para amostras *in natura* e processadas antes do processo de digestão.

Amostra	Teor de umidade das amostras iniciais (%)	
	Método Clássico	TGA
<i>In natura</i>	73	67
Processada	66	48

Observou-se uma diferença nos valores encontrados por TGA e pelo método clássico, especialmente para a carne bovina processada. Essa diferença pode ser associada ao processo de amostragem, já que para o método clássico

utilizou-se 1g de amostra e para a análise por TGA utilizou-se apenas 5 mg, assim sendo, o uso de pequenas massas podem não ser representativa, mais estudos serão realizados empregando um numero maior de leituras.

A Fig. 1 apresenta o termograma da amostra inicial e a Fig. 2, o termograma da amostra digerida.

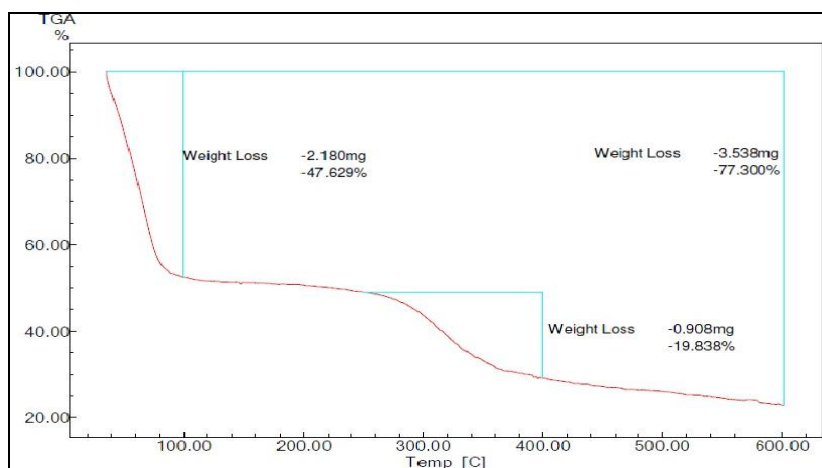


Figura 1: Termograma da carne bovina processada antes da digestão.

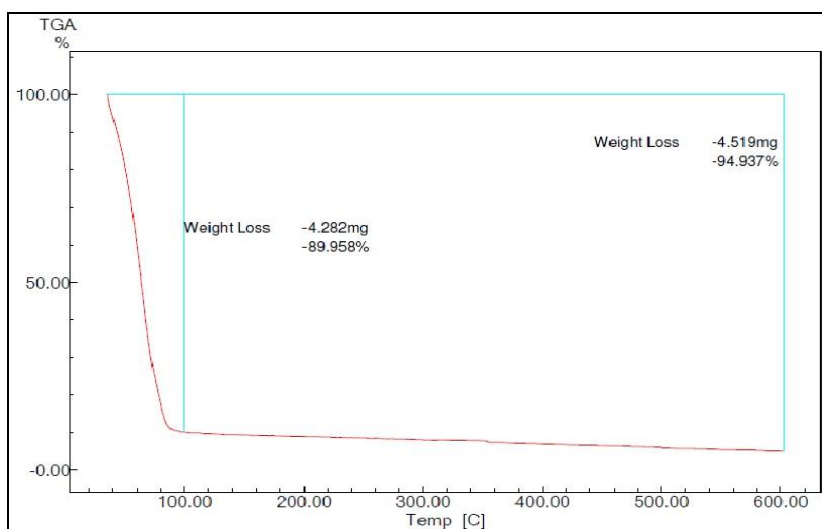


Figura 2: Termograma da carne bovina processada após a digestão.

Na Fig. 1 observa-se que o degrau entre 0 e 100 °C corresponde à perda de água, sendo esta água a umidade da amostra referida na tabela 1. Observa-se também um degrau entre 250 e 400 °C, o qual corresponde à decomposição térmica de matriz orgânica da carne bovina. Após a digestão ácida, as amostras foram submetidas novamente a análise por TGA. Na Fig. 2 o degrau entre 0 e 100 °C se refere à perda de água e ácido utilizados na digestão, os quais correspondem a quase 95 % da amostra analisada. Entretanto, o resultado mais importante é a ausência do degrau característico da matéria orgânica entre 250 e 400 °C. Embora os termogramas da amostra de carne bovina *in natura* não tenham sido apresentados, os resultados foram semelhantes e indicam que a digestão ácida foi eficiente na eliminação da matriz orgânica da carne bovina.

4 CONCLUSÃO

Realizou-se até o momento o aperfeiçoamento de um método em que a matriz orgânica seja consumida durante a etapa de digestão das amostras de carne bovina, para que posteriormente possam ser determinados os teores de Cd e Pb sem a interferência da matriz. A determinação do teor de umidade também foi realizada de modo a otimizar a quantidade de reagentes utilizados no processo de digestão. Através dos resultados obtidos, pode-se concluir que o método utilizado na digestão das amostras foi eficiente, o que foi confirmado pela análise de TGA das amostras.

5 REFERÊNCIAS

1. Comissão Reguladora (CE) N^o 333/2007 (controle oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio, estanho na forma inorgânica, 3-MCPD e benzo(a)pireno nos géneros alimentícios). Jornal Oficial da União Européia, L88/29 a 38 de 29 de março de 2007.
2. WOLFF, E., CONCEIÇÃO, S., **Resíduos Sólidos: a Reciclagem de Pilhas e Baterias no Brasil**, UFMG, 2011.
3. AMORIM, F. A. C.; LOBO, I. P. ; SANTOS, V. L. C. S. ; **Espectrometria de absorção atômica: o caminho para determinações multi-elementares**. Química Nova, v. 31, n. 7, p. 1784-1790, 2008.
4. LUCAS, E., SOARES, B., MONTEIRO, E. **Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica**. Rio de Janeiro, Editora Papers, , 2001.