

DETERMINAÇÃO DE NITRITO DE SÓDIO EM CARNES PROCESSADAS POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR APÓS TRATAMENTO COM TMAH

ANTHONISEN, Eliane Freire¹; ANTUNES, Mariana Dias¹; VIEIRA, Mariana Antunes²; de OLIVEIRA, Hueder Paulo Moisés²; RIBEIRO, Anderson Schwingel²

¹Universidade Federal de Pelotas, Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química (LabMeQui) – eliane.f.a@ibest.com.br

²Universidade Federal de Pelotas, Pós-Graduação em Química, Laboratório de Metrologia Química (LabMeQui) - andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O consumo de produtos embutidos como salsichas, linguiças, mortadelas e também produtos processados e enlatados, tem se tornado um hábito alimentar comum de uma parcela considerável de consumidores brasileiros, devido ao preço acessível e a praticidade no preparo. Para conservação dos mesmos, são adicionados sais de nitrito e/ou nitrato de sódio ou potássio, sendo que o NaNO_2 é um aditivo responsável por fixar a cor, conferir sabor e aroma característicos, retardar a oxidação lipídica e inibir o crescimento do *Clostridium botulinum*, cuja a toxina causa o botulismo (MELO FILHO, 2004; RINCÓN, 2003).

No entanto, o excesso de nitrito na alimentação pode acarretar sérios riscos à saúde humana, podendo agir sobre a hemoglobina e originar a metahemoglobinemia, impedindo que ela exerça a função normal de transportar oxigênio, e a reação do íon NO_2^- com as amidas e aminas pode dar origem a substâncias carcinogênicas chamadas de nitrosaminas.

O Ministério da Agricultura é responsável por regulamentar o limite da concentração máxima de NaNO_2 nestes alimentos, que é de 0,015 g em 100 g de amostra e segundo a *Association of Official Analytical Chemistry* (AOAC), o método de preparo é baseado na digestão da amostra com hidróxido de sódio à 80 °C por 90 min, seguido da determinação por Espectrometria de Absorção Molecular (BINSTOK, 1996). Neste contexto, como uma alternativa ao método oficial de preparo de amostras, foi avaliada a solubilização alcalina com Hidróxido de Tetrametilamônio (TMAH) em diferentes amostras de patê, obtidas no comércio local. Este procedimento não necessita de aquecimento, pois o TMAH é um reagente estável, seguro e simples de se trabalhar.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Todas as medidas foram realizadas utilizando um espectrofotômetro de duplo feixe UV/VIS de absorção molecular modelo (LAMBDA 25) da Perkin Elmer, no comprimento de onda 539,2 nm. Para realização das curvas de calibração foi preparada uma solução padrão estoque de nitrito de sódio de 1000 ppm e esta foi diluída 100 vezes, originando uma solução de trabalho de 10 ppm para a confecção da curva de calibração.

Para as determinações, foram utilizados três tipos de patê (fígado, frango e presunto). Pesou-se aproximadamente 0,50 g de cada amostra em tubos volumétricos de 50,0 mL e adicionou-se 1.100 μL de TMAH 25 % v/v.

Após total solubilização das amostras, avolumou-se até a marca de 50,0 mL, com água deionizada, retirou-se 8,0 mL desta solução e transferiu-se para tubos de centrífuga de 10,0 mL. A seguir, adicionou-se 1,0 mL da solução clarificante de Sulfato de zinco ($ZnSO_4$) 10 % m/v e avolumou-se até a marca de 10,0 mL com água deionizada. Centrifugou-se por 10 min e tranferiu-se 7,0 mL do sobrenadante para outro tubo volumétrico de 10,0 mL e adicionou-se 400 μ L da solução de ácido fosfórico com sulfanilamida e diclohidrato de N(1-Naftil)-etilenodiamina como reagente da cor, e avolumou-se até a marca de 10,0 mL, com água deionizada, formando um complexo de coloração rósea que absorve radiação no comprimento de onda de 539,2 nm.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Foram realizadas algumas otimizações tais como a linearidade da curva de calibração e verificou que é linear até $1,0 \text{ mg L}^{-1}$. Também foram realizados estudos para verificar a concentração de TMAH utilizada para solubilização das amostras, de forma que não ocorresse interferência no desenvolvimento da cor, bem como o teor de massa seca nas amostras, tendo em vista que o volume adicionado de TMAH está diretamente relacionada com esse teor. Com isso, foi observado que a melhor concentração de TMAH para solubilização das amostras foi de 0,55 % v/v.

Como a técnica de espectrometria molecular baseia-se no desenvolvimento de cor, houve a necessidade de tornar a amostra límpida, pois a mesma apresenta uma coloração marrom quando solubilizada com Hidróxido de tetrametilamônio.

Para tanto, foi adicionado à amostra 1 mL de sulfato de zinco 10% m/v como clarificante.

Pensando nisso, também foi feito um estudo para comparar o coeficiente linear das curvas de calibração para verificar se haveria diferença na sensibilidade das curvas de calibração sem a presença do clarificante e com o clarificante, já que nos padrões não existe a presença de cor como ocorre no meio da amostra. Para isso foi adicionado em uma das curvas de calibração uma solução de sulfato de zinco 10% m/v e a outra sem a presença do clarificante, e com isso foi observado que não houve diferença significativa, pois o valor do coeficiente linear da curva com o clarificante foi de 1,022 e o da curva sem o clarificante foi de 0,974, comprovando que não há necessidade de adicionar essa solução nos padrões, sem risco de perdas na sensibilidade do método.

Após todos os parâmetros terem sido otimizados, foram construídas curvas de calibração com padrão de $NaNO_2$ em meio de TMAH 25 % v/v, em uma faixa linear de 0,025 a $1,0 \text{ mg L}^{-1}$. Os parâmetros de mérito obtidos estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros de mérito para calibrações das curvas de adição e recuperação de $NaNO_2$ nas amostras de patê em meio de TMAH 25 % v/v.

	Coeficiente linear (mg L^{-1})	R^2	LOD* (mg L^{-1})	LOQ** (mg L^{-1})
Meio TMAH	0,8519	0,9993	0,0034	0,0113

*Limite de Detecção; **Limite de Quantificação.

Obs: para todas as curvas de calibração, foram obtidos os mesmos valores de parâmetros de méritos.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 1, foi possível obter boa linearidade na faixa de trabalho aplicada, tendo em vista que, nas condições utilizadas, o coeficiente de correlação linear foi maior que 0,999.

Utilizando as condições otimizadas, a exatidão da metodologia desenvolvida foi avaliada através de testes de adição e recuperação. Foram realizadas adições do padrão nitrito de sódio nas seguintes concentrações: 0,25, 0,30 e 0,50 mg L⁻¹ que após sofrer duas diluições, obteve-se as seguintes concentrações 0,1398, 0,1678 e 0,2797 mg L⁻¹ de NO₂⁻, as quais foram levadas em consideração para os cálculos de recuperação. Os resultados obtidos após as adições do respectivo padrão estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados analíticos para os testes de adição e recuperação de NO₂⁻ em amostras de Patê em meio de TMAH 25 % v/v por espectrometria de absorção molecular (n=3).

Adições (mg L ⁻¹)	Valor encontrado ± SD (mg L ⁻¹)	Recuperação (%)	RSD (%)
0,1398			
Patê de Frango	0,152 ± 0,022	108	4,2
Patê de Fígado	0,131 ± 0,014	93	2,7
Patê de Presunto	0,149 ± 0,014	107	3,1
0,1678			
Patê de Frango	0,180 ± 0,005	107	0,9
Patê de Fígado	0,168 ± 0,008	100	1,5
Patê de Presunto	0,179 ± 0,008	107	1,6
0,2797			
Patê de Frango	0,305 ± 0,009	109	1,3
Patê de Fígado	0,276 ± 0,017	99	2,6
Patê de Presunto	0,331 ± 0,014	118	2,3

Os resultados mostraram que o método proposto apresentou excelente exatidão e precisão, com recuperações entre 93 a 118 % e com RSD's menores que 4,2 %, aliando simplicidade, pouco consumo de amostras e reagentes, contribuindo com a química verde.

4. CONCLUSÕES

O procedimento proposto para a determinação de NO₂⁻ em amostras de patê tratadas com TMAH por espectrometria de absorção molecular, forneceu resultados exatos e precisos, mostrando ser uma alternativa simples e direta se comparado com os métodos oficiais presentes na literatura que envolvem aquecimento e uma quantidade maior de reagentes utilizados, além de gerar um volume maior de efluente ao final da análise. Com essa metodologia proposta, minimiza-se a geração de efluentes e o uso de reagentes.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MELO FILHO, A. B.; BISCONTINI, T. M. B.; ANDRADE, S.A.C. Níveis de nitrito e nitrato em salchichas comercializadas na região metropolitana do Recife. Ciênc. Tecnol. Aliment. n.24, p.390 – 392, 2004.

RINCÓN, F.; MARTÍNEZ, B.; DELGADO, J. M. Detection of factors influencing nitrite determination in meat. *Revista Meat Science* v.65 p. 1421 – 1427, 2003.

BINSTOK, G.; CAMPOS, C. A.; GERSCHENSON, L. N. Determination of Nitrite in meat systems: An improved procedure. *Revista Meat Science* v.42 p. 401 – 405, 1996.