

RESUMO 29 - EFICIÊNCIA DO ICP – OES PARA DETECÇÃO DE NANOPARTICULAS DE PRATA EM LEITE COM DIFERENTES NÍVEIS DE SÓLIDOS,

Renison Vargas¹, Camila Almeida², **Alessandro Guimarães**³, Cristiane Guimarães-Ladeira⁴, Marília Melo⁵, Antônio Fonseca⁶, Mônica Cerqueira⁷, Humberto Brandão³

¹Aluno de Doutorado do Programa de Pós-graduação em Ciência Animal da EV – UFMG. Professor do Departamento de Ciências Agrárias do IFMG – Campus Bambuí, Bambuí, Brazil, ²Doutora em Química UFJF, Juiz de Fora, Brazil, ³Embrapa Gado de Leite, Juiz de Fora, Brazil, ⁴Epamig, Belo Horizonte, Brazil, ⁵DCC EV - UFMG, Belo Horizonte, Brazil, ⁶Aluno de Mestrado em Ciências Farmacêuticas da UFOP, Ouro Preto, Brazil, ⁷DTIPOA EV - UFMG, Belo Horizonte, Brazil

INTRODUÇÃO:

Nos últimos anos o Brasil vem se consolidando como um dos maiores produtores de alimentos do mundo. Em relação ao leite, de acordo com o Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (United States Department of Agriculture - USDA), o Brasil ocupou a quinta posição no ranking mundial de produção de leite em 2014. Porém, o país enfrenta várias barreiras, destacando a presença de resíduos de medicamentos nos produtos, bem como, o grande aumento do uso de antimicrobianos, principalmente na cadeia produtiva do leite, contrariando a tendência mundial de diminuição do uso destes nos animais.

O aumento do uso de antimicrobianos se deve principalmente ao fato de que várias bactérias patogênicas desenvolveram resistência contra diversos antibióticos (RAI et al., 2009), aumentando assim o uso destas substâncias para tentar debelar as infecções. Devido ao aumento da resistência dos microrganismos, novos compostos estão sendo pesquisados para serem usados contra estes patógenos mais resistentes, com o objetivo de diminuir o uso de medicamentos tradicionais.

A prata nanoparticulada tem grande potencial para ser utilizada como antimicrobiano, pois possui grande potencial inibitório e efeito bactericida, além de retardar o crescimento de fungos (CHEN; SCHLUESENER, 2008).

Em função das perspectivas de aumento do uso da prata, especialmente a prata nanoparticulada em animais de produção, é necessário à validação de técnicas analíticas para detecção de resíduos em produtos e animais. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar a eficiência do ICP – OES em diferentes matrizes.

MATERIAIS E MÉTODOS:

Coletou-se leite de uma vaca do rebanho da Embrapa Gado de Leite em Coronel Pacheco – MG, o qual foi dividido em quatro alíquotas: Amostra A: leite integral (sem alterações); Amostra B: leite desnatado por processo de centrifugação; Amostra C: leite evaporado por condensação e Amostra D: leite diluído com 20% de água purificada.

Para fortificação da amostra, preparou-se uma suspensão de 100.000 ppb de prata nanoparticulada Sigma-Aldrich (cat. n° 576832) de tamanho médio de 100 nm, em soro de leite. Em seguida, preparou-se diluições em três diferentes concentrações (5, 50 e 100 ppb) em cada uma das quatro diferentes amostras, com sete repetições, totalizando 84 amostras de 10 mL, que foram acondicionadas em tubos digestores.

As amostras foram encaminhadas para secagem em estufa a 105° C por 24 h. Após a secagem foi feito o acréscimo de 5 mL de ácido nítrico para pré-digestão por 24 h e, posteriormente, levado para o bloco aquecedor a uma temperatura de 110° C por 1:30 h, seguida de aquecimento a 150° C por 30 min. Depois deste aquecimento foi acrescentado 1 mL de ácido clorídrico e novo aquecimento por 30 min a 150° C com mais 1 mL de ácido clorídrico e aquecimento por mais 30 min a 150° C. Após a digestão fez-se a ressuspensão com água deionizada até o volume de 10 mL e filtradas.

A leitura da intensidade do sinal foi feita no equipamento de ICP – OES Perkin Elmer® Optima™ 7000 DV.

A eficiência do método para diferentes matrizes foi avaliada pela intensidade do sinal gerado de acordo com a concentração de prata na amostra, calculada pelo Teste t de Student, de acordo com Sampaio (2002).

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Para realização do experimento de validação de uma metodologia para quantificação de prata em amostras de leite com diferentes teores de proteína e gordura, utilizando espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente, do inglês ICP-OES, testes de recuperação de prata foram realizados utilizando diferentes condições experimentais, a fim de otimizar a digestão das amostras de leite A, B, C e D. Dentre essas, a adição de ácido nítrico na pré-digestão com posterior adição de ácido clorídrico durante o processo de aquecimento foi o que apresentou a melhor reprodutibilidade, enquanto o ácido nítrico na pré-digestão e o H_2O_2 durante o processo de aquecimento foi o que apresentou melhor recuperação.

Após o enriquecimento dos leites A, B, C e D com 5 ppb, 50 ppb e 100 ppb de metal e posterior abertura utilizando ácido nítrico e ácido clorídrico, as amostras foram analisadas e os resultados obtidos no Teste t de Student aplicado não mostrou diferença estatística a nível de 5% de significância entre os quatro tipos de leite avaliados nas concentrações de 5 ppb e 50 ppb do metal. O mesmo não foi notado para o leite enriquecido com concentração de 100 ppb de prata, cuja diferença superior a 5% de significância foi observada ao compararmos as amostras de leite tipo A x D, B x D e C x D, de modo que, para o Leite D houve maior intensidade de sinal em relação aos demais, detectando assim uma concentração de Ag mais próxima do valor esperado. Uma vez que o volume de ácido nítrico e ácido clorídrico utilizados foram iguais para todas as amostras digeridas (5, 50 e 100 ppb), este resultado sugere que a concentração de ácidos pode não ter sido suficiente para oxidar a matéria orgânica e ainda ionizar toda a prata presente nos leites enriquecidos com 100 ppb deste metal, o que levaria a uma menor intensidade de sinal para os leites A, B e C mais ricos em gorduras e proteínas que o leite D analisado.

CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS

De acordo com os resultados obtidos, podemos concluir que a metodologia proposta neste trabalho, mostrou-se eficiente e reprodutível para analisar diferentes matrizes de leite contendo prata nas concentrações que variam de 5 a 50 ppb. A diferença superior a 5% de significância encontrada em 100 ppb não afeta a eficiência do método, pois uma alteração de 20% a mais de água na matriz leite não é comum. Os parâmetros legais estipulados pela Resolução RDC nº 17, de 17 de março de 2008 que é 0,05 mg/kg (ANVISA, 2008), ou seja 50 ppb.