

# 19° Encontro Nacional de Química Analítica e 7° Congresso Iberoamericano de Química Analítica

16 a 19 de Setembro de 2018

Centro de Eventos e Convenções DiRoma  
Caldas Novas - GO



## Livro de Resumos

Patrocínio  
Ouro:



Patrocínio  
Prata:



Patrocinador  
Sustentável:



Patrocínio  
Bronze:



Cota  
Colaborador:



Apoio:



Realização:



Organização:



**19° ENCONTRO NACIONAL DE QUÍMICA ANALÍTICA**  
**7° CONGRESSO IBEROAMERICANO DE QUÍMICA ANALÍTICA**

# **LIVRO DE RESUMOS**

**CENTRO DE EVENTOS E CONVENSÕES DIROMA**  
**CALDAS NOVAS – GO – BRASIL**  
**16-19 DE SETEMBRO DE 2018**

**ESPÉCIES MOLECULARES E PADRONIZAÇÃO INTERNA: ABORDAGENS PARA  
CORREÇÃO DE SINAL NA DETERMINAÇÃO DE FOSFOLÍDIOS EM AMOSTRAS DE  
CARNE POR MIP OES**

**Ana Beatriz S. Silva<sup>\*</sup> (PG)<sup>a,b</sup>, Julymar M. Higuera (PG)<sup>a,b</sup>, Ana Rita A. Nogueira (PQ)<sup>b</sup>**

<sup>a</sup>Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, São Carlos, São Paulo, Brasil, CEP: 13.565-905

<sup>b</sup>Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, São Paulo, Brasil, CEP: 13560-970

<sup>\*</sup>e-mail: ana.beatriz30@hotmail.com

Os fosfolipídios desempenham um papel relevante na qualidade da carne, pois estudos indicam que a sua presença interfere diretamente no aroma e no sabor quando esse alimento é submetido à cocção. Adicionalmente, há indícios de que os fosfolipídios participam das reações de Maillard.<sup>1</sup> Considerando a importância de quantificar esses compostos nessa matriz, esse trabalho tem como objetivo estabelecer estratégias para a determinação do fosfolipídio em amostras de carne por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES). A extração foi realizada pelo método de Folch e aproximadamente 2 g de amostra foram extraídos com clorofórmio/metanol. Para a obtenção de um valor de referência, selecionou-se como técnica a cromatografia iônica. Nesse caso, o extrato foi aquecido a 85°C até a evaporação completa do solvente, em seguida a amostra foi oxidada a 425°C em uma mufla aquecida por radiação micro-ondas e as cinzas foram dissolvidas em água. A exatidão desse método foi estimada por meio de um balanço de massas ( $P_{total} = P_{lipídio} + P_{res.}$ ). O sólido residual obtido após a extração e a amostra de carne foram digeridos com  $HNO_3$  (2 mol L<sup>-1</sup>) e  $H_2O_2$  (30% m v<sup>-1</sup>) em um forno assistido por radiação micro-ondas. Os digeridos foram analisados por MIP OES e a recuperação foi 98 %. Para a análise do fosfolipídio no MIP OES, o extrato foi diluído em metanol, sendo a seguir avaliadas estratégias que permitissem melhorar a exatidão, como a aplicação das espécies moleculares (OH e  $N_2^+$ ) e padrões internos (B, Te, Bi, Ge, Co, Sc, Y e In). Além disso, como a solução final possui um alto teor de carbono, o fluxo de ar injetado no plasma para reduzir os efeitos de matriz e estabilizar o plasma foi investigado. Dessa forma, os experimentos foram conduzidos no fluxo 0,75 L min<sup>-1</sup> (médio) e 1,0 L min<sup>-1</sup> (alto). As espécies moleculares selecionadas, OH e  $N_2^+$ , ocorrem naturalmente no plasma de  $N_2$  em transições eletrônicas específicas,  $N_2^+$  (0-0,  $B^2 \Sigma_u^+ \rightarrow X^2 \Sigma_g^+$ ) e OH (0-0,  $A^2 \Sigma^+ \rightarrow X^2 \Pi_i$ ). Foi possível identificar as duas bandas nos seguintes comprimentos de onda: OH – 308,9 nm e  $N_2^+$  - 395,1 nm. O Tb e o Nb, por possuírem comprimentos de ondas próximos, foram selecionados para fazer o monitoramento das intensidades do OH e  $N_2^+$  respectivamente. A correção do sinal foi feita a partir da divisão ( $I_A/I_{EM}$ ) ou da multiplicação ( $I_A * I_{EM}$ ) dos sinais do analito ( $I_A$ ) e das respectivas espécies ( $I_{EM}$ ). Os melhores resultados em relação à exatidão e à sensibilidade foram obtidos com a aplicação da injeção de ar no modo médio e o uso da espécie OH com o tratamento  $I_A * I_{EM}$ . Já para a padronização interna, o fluxo de ar médio também apresentou bons resultados para Te, Y e Co em relação à exatidão, enquanto que o menor limite de detecção foi com o uso do Y. Calibrações convencionais como calibração externa e adição de padrão foram realizadas, no entanto não foram obtidos resultados satisfatórios devido às flutuações que o solvente orgânico provoca no plasma. Por fim, o MIP OES possibilitou a análise do extrato com uma simples diluição, o que reduz as etapas de preparo de amostra. Por outro lado, devido à complexidade da amostra é essencial o uso de alguma estratégia para reduzir os efeitos de matriz e a correção de sinal analítico. A aplicação das espécies moleculares para esse propósito apresenta grande potencial prático, pois não é necessário o preparo de soluções, como no caso da adição de padrão, ou um estudo prévio para a seleção de um padrão interno.

<sup>1</sup>Neethling, J. Meat Science, v. 113, p. 139-153, 2016.

Os autores agradecem ao CNPQ, CAPES e FAPESP.