

Método de digestão parcial de feijão cru (*Phaseolus vulgaris*) por hidrólise ácida para a determinação simultânea de nutrientes inorgânicos por ICP OES: validação e aplicação

A partial digestion method of raw bean (*Phaseolus vulgaris*) by acid hydrolysis for simultaneously determining inorganic nutrients by means of ICP OES: validation and application

RIALA6/1115

Isaura A. OKADA^{1*}, Maria C. DURAN², Marcia L. BUZZO², Sérgio DOVIDAUSKAS¹, Alice M. SAKUMA², Odair ZENEBO²

^{1*}Endereço para correspondência: Instituto Adolfo Lutz, Laboratório I de Ribeirão Preto, R. Minas, 877 CEP 14085-410, Ribeirão Preto/ SP, e-mail: isaura@ial.sp.gov.br

²Instituto Adolfo Lutz, Laboratório Central, Divisão de Bromatologia e Química. Av. Dr. Arnaldo, 355 CEP 01246-902, São Paulo/ SP
Recebido: 15/01/2007 – Aceito para publicação: 08/08/2007

RESUMO

Neste trabalho foi validada a técnica de digestão por via úmida (hidrólise com HCl) de feijão (*Phaseolus vulgaris*), para efetuar a determinação simultânea dos nutrientes inorgânicos Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn, por espectrometria de emissão óptica com plasma de argônio indutivamente acoplado (ICP OES). Essa técnica simples, relativamente rápida e com características satisfatórias de desempenho, foi utilizada na preparação de 40 amostras de feijão cru comercializadas no estado de São Paulo, Brasil. Após a determinação das concentrações dos nutrientes inorgânicos por ICP OES, os teores obtidos (em mg/100g de feijão) de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn foram, respectivamente, de 120±20; 0,8±0,1; 6,0±0,9; 1370±80; 170±10; 1,5±0,4; 1,4±0,4; 350±50; 2,6±0,3. Esses teores mostraram-se satisfatoriamente concordantes com as informações de seis tabelas de composição de alimentos, com a exceção do teor de sódio que apresentou-se significativamente menor. Os resultados também foram usados para estimar a contribuição do consumo de feijão na Ingestão Diária Recomendada (IDR) dos nutrientes investigados, constatando-se que o feijão pode contribuir significativamente principalmente nas IDRs do Cu, Mg, Mn, P e Fe.

Palavras-chave. feijão, nutrientes inorgânicos, método de digestão, ICP OES, tabelas de composição de alimentos, Ingestão Diária Recomendada.

ABSTRACT

In this investigation a wet digestion technique (HCl hydrolysis) of raw bean (*Phaseolus vulgaris*) was validated in order to perform the simultaneous determination of inorganic nutrients Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, and Zn by means of inductively coupled argon plasma optical emission spectrometry (ICP OES). This simple, relatively rapid, and with satisfactory performance characteristics technique was employed for analyzing 40 raw bean marketed in São Paulo state (Brazil). After determining inorganic nutrients by emission spectrometry, the obtained concentrations of Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, and Zn contents (in mg/100g bean) were 120±20; 0.8±0.1; 6.0±0.9; 1370±80; 170±10; 1.5±0.4; 1.4±0.4; 350±50; and 2.6±0.3, respectively. These inorganic nutrients contents are in agreement with the information from six food composition tables, except of Na that showed a significantly lower value. The results were also used to estimate the bean consumption contribution in Recommended Daily Intakes (RDI) for the investigated nutrients, and it was noted that bean can significantly contribute in Cu, Mg, Mn, P, Fe, and Zn RDIs.

Key words. bean, inorganic nutrients, digestion method, ICP OES, food composition tables, Recommended Daily Intake.

INTRODUÇÃO

O feijão comum (*Phaseolus vulgaris*) é um legume com uma ampla adaptação edafoclimática, embora tanto o solo quanto o clima possam influenciar a sua produção. No Brasil, dois tipos são geralmente cultivados: o que ocorre em arbustos cerrados e o que cresce como trepadeira. As vagens, longas e achatadas ou arredondadas, possuem 13 centímetros ou mais. A semente madura pode apresentar várias cores: branca, preta, marrom, etc^{1,2}. A possibilidade de seu cultivo em diversos ecossistemas tropicais e temperados, em monocultivo ou consorciados aos mais variados arranjos de plantas, favorece a diversificação da produção no país, permitindo que o feijão constitua-se em importante componente da alimentação básica da maioria da população brasileira. Em 2001, o consumo médio de feijão no Brasil foi de aproximadamente 14,9kg por habitante/ano, correspondendo a cerca de 41g por habitante/dia. Considerando a diversidade fisiográfica do país e a adaptação do feijoeiro a diversas condições de clima e solo, é possível explorar a cultura em três épocas diferentes no mesmo ano: a safra “das águas”, cuja semeadura é feita de setembro a novembro, com predominância na região sul; a safra “da seca” ou “safrinha”, com plantio de janeiro a março, abrangendo a maioria dos estados produtores; e a safra “de outono-inverno” realizada de abril a julho, nas regiões centro-oeste e sudeste².

Em termos nutricionais, o feijão é considerado uma boa fonte de proteínas (cerca de 20% em peso), glicídios (60% em peso), fibras (19% em peso) e de alguns nutrientes inorgânicos (ferro, potássio, zinco, magnésio, cobre e cálcio), apresentando um baixo teor de lipídios (1% em peso). Quando cozido, o feijão é uma das melhores fontes vegetais de tiamina, piridoxina, niacina e ácido fólico³⁻¹⁰. Contudo, deve ser ressaltado que tanto a qualidade como a composição do feijão são influenciadas por diversos fatores: fertilidade do solo onde foi cultivado, espaçamento entre as plantas, irrigação, maturidade e variedade¹; além disso, fatores intraluminais podem afetar a biodisponibilidade de nutrientes inorgânicos^{3,11}.

Em particular, a determinação dos teores dos nutrientes inorgânicos em alimentos é realizada principalmente por métodos baseados em espectroscopia atômica, especialmente a espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) e a espectrometria de emissão ótica com plasma de argônio indutivamente acoplado (ICP OES)^{12,13}. Estas técnicas requerem uma destruição prévia parcial ou total da matéria orgânica da amostra^{13,14}; embora a destruição total da matéria orgânica por via seca seja largamente utilizada¹⁵, o tempo relativamente longo necessário para a sua realização tem conduzido a pesquisas em métodos por via úmida (destruição parcial) que sejam mais rápidos. Tais métodos envolvem a ação de ácidos e oxidantes e a utilização de várias formas de energia como, por exemplo, a térmica, o ultra-som e radiações (infravermelho, ultravioleta e microondas)^{13,14,16-19}.

Um outro aspecto importante relacionado à análise de alimentos, diz respeito às compilações de dados experimentais

que originam as denominadas tabelas de composição de alimentos, importantes ferramentas em estudos epidemiológicos que investigam a relação entre dieta e saúde, além de fornecerem informações nutricionais básicas para uma dieta balanceada. Tendo-se em vista que os teores dos nutrientes nos alimentos dependem de diversos fatores, tais como os inerentes a cada alimento em particular (como espécie, variedade e maturidade), os ambientais (como temperatura, quantidade de chuvas e solo, quando do cultivo) e os de processamento (como tempo de armazenagem, métodos de preparação e preservação), a preparação de tais tabelas deve ser muito cuidadosa. A importância deste cuidado aumenta se considerarmos que o conteúdo de nutrientes de alguns alimentos é também afetado por reformulações, pelo uso de aditivos e de fortificações, além de depender consideravelmente do modo de preparação do alimento para o consumo. Deve ser ainda observado que a base dos dados para a construção das tabelas de composição dos alimentos é essencialmente experimental e, portanto, dependente da amostragem do alimento, da preparação da amostra para análise, do método analítico empregado na análise e do tratamento estatístico aplicado aos resultados obtidos nas análises²⁰⁻²². Portanto, uma tabela de composição de alimentos deve trazer não somente os teores dos diversos componentes encontrados nos diferentes alimentos, mas também todas as informações relevantes relacionadas a cada teor declarado.

Assim, considerando (i) que o feijão é um importante componente na alimentação básica da população brasileira; (ii) que existe uma tendência pelo desenvolvimento de métodos de preparação de amostras que não consumam um tempo demasiado longo; e (iii) que tabelas de composição de alimentos são importantes ferramentas para a Saúde Pública, este trabalho procurou estabelecer um método analítico relativamente rápido e simples para a preparação de amostras de feijão cru por via úmida visando à determinação de nutrientes inorgânicos por ICP OES. A partir deste método, 40 amostras de feijão cru comercializadas no Estado de São Paulo foram analisadas determinando-se os teores de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn. Estes teores foram então comparados com as informações apresentadas em 6 tabelas de composição de alimentos e também com os obtidos por via seca (método recomendado pela Association of Official Analytical Chemists¹⁵). Finalmente, estimou-se a contribuição do consumo de feijão para as IDR dos nutrientes inorgânicos investigados, tomando-se como base o consumo médio diário de feijão pela população brasileira.

MATERIAL E MÉTODOS

Material

Quarenta amostras de feijão comum (*Phaseolus vulgaris*), variedade Carioca, cruas, de várias marcas e lotes foram coletadas pelas equipes de Vigilância Sanitária no comércio de 39 cidades do estado de São Paulo, Brasil. As amostras foram homogeneizadas na própria embalagem, não

sofrendo qualquer pré-tratamento ou processamento antes da destruição da matéria orgânica.

Os ácidos clorídrico e nítrico utilizados, marca Merck, foram de grau analítico. Foram utilizadas soluções-padrão de referência, marca Spex CertPrep®, de 10.000mg.L⁻¹, para os elementos Ca, Fe, K, Mg, P e Zn, enquanto que para os elementos Cu e Mn as soluções-padrão de referência foram de 1.000mg.L⁻¹. A água empregada nos procedimentos foi previamente destilada e desionizada em um sistema Milli-Q (Millipore Corp.), apresentando resistividade igual a 18,2MΩ/cm.

Todas as vidrarias usadas foram previamente descontaminadas por meio de imersão em solução de ácido nítrico a 50% (v/v) por 24 horas, seguida de enxágüe com água destilada e desionizada.

Para a determinação dos nutrientes inorgânicos foi empregado um espectrômetro de emissão ótica com plasma de argônio indutivamente acoplado ICPOES, marca Perkin Elmer, modelo Optima 3000 DV. As condições experimentais usadas foram: potência de rádio-freqüência: 1350 W; fluxo de amostra: 1,0mL/min; fluxo de plasma: 15L/min; fluxo de nebulizador: 0,85L/min; gás auxiliar (argônio): 0,5L/min.

Método

Digestão das amostras de feijão cru (via úmida): foram pesados, em triplicata, 2,0g de amostra de feijão em frascos tipo Erlenmeyer. As amostras não sofreram qualquer pré-tratamento como, por exemplo, trituração ou liofilização. A cada frasco foram adicionados 5mL de solução aquosa de HCl a 50% (v/v), cobrindo-os a seguir com filme de PVC (cloreto de polivinila) e deixando-os em repouso durante a noite. Foram preparados dois brancos dos reagentes. As amostras e os brancos foram então aquecidos sobre placa aquecedora por 3 horas a 75°C, com agitação ocasional. A seguir, as soluções foram filtradas em papel Whatman 40, e cada filtrado foi recolhido diretamente em balão volumétrico de 25mL, completando-se o volume com água destilada e desionizada.

Digestão das amostras de feijão cru (via seca)¹⁵: pesou-se aproximadamente 2,0g das amostras de feijão, em cápsula de porcelana e em triplicata; incinerou-se inicialmente em bico

de Bunsen e em seguida em forno mufla com uma rampa de aquecimento de 150°C até atingir 450°C, mantendo-se esta temperatura por 4 horas. Após resfriamento, adicionou-se 1mL de ácido nítrico concentrado (“ashing aid”) e deixou-se até à secura sobre chapa aquecedora. Retornou-se à mufla à 450°C por 2 horas. Repetiu-se, em média, cinco vezes este procedimento de adição de ácido nítrico e mufla até a obtenção de cinzas de cor branca ou sem pontos pretos, isto é, até toda a matéria orgânica ser destruída. As cinzas foram dissolvidas em 2,5mL de ácido clorídrico concentrado e a solução resultante foi transferida quantitativamente para balão volumétrico de 25mL com auxílio de água, completando-se o volume.

Quantificação dos nutrientes inorgânicos: as quantificações de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn foram realizadas por ICPOES. As concentrações das soluções-padrão multielementar utilizadas para a construção das curvas de calibração foram preparadas em HCl 1M e encontram-se na Tabela 1.

Validação do método de digestão por via úmida: o método analítico proposto, envolvendo a digestão parcial com ácido clorídrico, foi validado seguindo as orientações do documento sobre validação de métodos de ensaios químicos DOQ-CGCRE-008 do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial²³ (INMETRO). Por meio da espectroscopia de emissão ótica, os seguintes parâmetros de validação foram avaliados: linearidade, sensibilidade, seletividade, limite de detecção, limite de quantificação, exatidão e precisão.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Validação do método

A partir das soluções-padrão descritas na Tabela 1, verificou-se a linearidade das faixas de trabalho através da construção das curvas de calibração para cada elemento em seu respectivo comprimento de onda (λ) de emissão. Os valores dos coeficientes de correlação e das sensibilidades encontram-

Tabela 1. Concentrações das soluções-padrão multielementar para construção das curvas de calibração utilizadas na quantificação dos nutrientes inorgânicos nas amostras de feijão por ICP OES.

| Elemento | Padrão 1(mg.L ⁻¹) | Padrão 2(mg.L ⁻¹) | Padrão 3(mg.L ⁻¹) | Padrão 4(mg.L ⁻¹) | Padrão 5(mg.L ⁻¹) |
|----------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| Ca | 2,50 | 10,0 | 25,0 | 50,0 | 100 |
| Cu | 0,125 | 0,500 | 1,25 | 2,50 | 5,00 |
| Fe | 0,250 | 1,00 | 2,50 | 5,00 | 10,0 |
| K | 2,50 | 10,0 | 25,0 | 50,0 | 100 |
| Mg | 0,625 | 2,50 | 6,25 | 12,5 | 25,0 |
| Mn | 0,0125 | 0,0500 | 0,125 | 0,250 | 0,500 |
| Na | 2,50 | 10,0 | 25,0 | 50,0 | 100 |
| P | 2,50 | 10,0 | 25,0 | 50,0 | 100 |
| Zn | 0,250 | 1,00 | 2,50 | 5,00 | 10,0 |

se na Tabela 2. Pode-se observar que todos os valores obtidos para os coeficientes de correlação são iguais a 0,9999, ou seja, estão muito próximos de 1, o que implica na linearidade das curvas de calibração para todos os elementos estudados nas faixas de concentrações investigadas. De acordo com o INMETRO, recomenda-se um valor superior a 0,90 para que seja satisfeita a condição de linearidade²³. Além disso, a Tabela 2 informa que a técnica apresenta maior sensibilidade para os elementos manganês, cobre e magnésio, sendo relativamente menos sensível para o elemento fósforo.

Os limites de detecção e de quantificação foram obtidos a partir de 10 preparações independentes das soluções correspondentes à menor concentração de cada elemento das curvas de calibração^{23,24}. Os valores resultantes encontram-se na Tabela 2.

Para verificar a seletividade do método, foram traçados os espectros das amostras e padrões, nas regiões dos comprimentos de onda de emissão para cada elemento. Pôde-se observar que os perfis dos picos de emissão dos analitos das soluções das amostras de feijão são idênticos aos respectivos perfis dos picos das soluções-padrão de cada elemento, indicando que não ocorreram interferências espectrais ou de matriz na determinação dos elementos estudados. A Figura 1 apresenta um exemplo do perfil dos picos de emissão para o elemento cálcio.

Para a avaliação da exatidão foi utilizado o método de adição de padrões tanto para o método por via seca como para o método proposto: em 21 replicatas de uma amostra de feijão

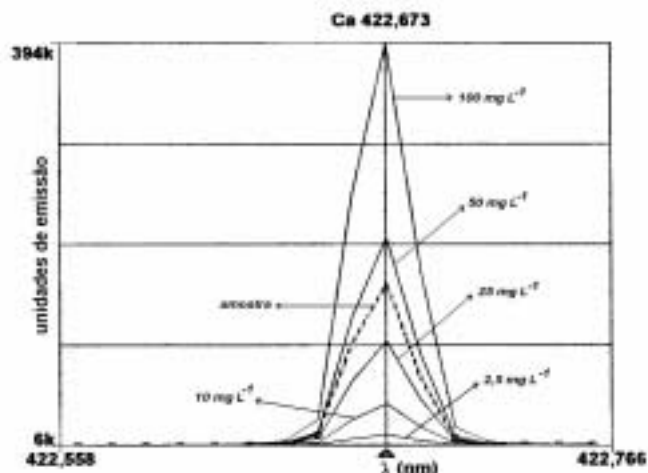


Figura 1. Espectros de emissão das soluções-padrão (linhas preenchidas) e de uma das soluções das amostras de feijão (linha tracejada) na região próxima ao λ de emissão do cálcio (422,673nm).

foram realizadas adições de padrões em 3 concentrações diferentes de cada um dos 9 nutrientes investigados, sendo 7 réplicas em cada nível de concentração (nível baixo, nível médio e nível alto). Na Tabela 3 pode ser observado que as porcentagens de recuperação obtidas encontram-se dentro da faixa aceitável de 70 a 110%²⁵, o que evidencia que o método

Tabela 2. Valores de coeficiente de correlação, sensibilidade, limite de detecção e limite de quantificação relacionados às curvas de calibração para cada nutriente determinado em seu respectivo comprimento de onda.

| Nutriente | λ (nm) | Coefficiente de correlação | Sensibilidade (L.mg ⁻¹) | Limite de detecção (mg.L ⁻¹) | Limite de quantificação (mg.L ⁻¹) |
|-----------|----------------|----------------------------|-------------------------------------|--|---|
| Cálcio | 422,673 | 0,9999 | 5300 | 0,210 | 0,690 |
| Cobre | 324,754 | 0,9999 | 130000 | 0,008 | 0,025 |
| Ferro | 238,204 | 0,9999 | 47000 | 0,015 | 0,055 |
| Potássio | 766,491 | 0,9999 | 1400 | 0,220 | 0,730 |
| Magnésio | 280,270 | 0,9999 | 116000 | 0,110 | 0,360 |
| Manganês | 257,610 | 0,9999 | 317000 | 0,00006 | 0,002 |
| Sódio | 589,592 | 0,9999 | 2700 | 0,210 | 0,700 |
| Fósforo | 214,914 | 0,9999 | 130 | 0,360 | 1,200 |
| Zinco | 213,856 | 0,9999 | 5800 | 0,040 | 0,140 |

Tabela 3. Porcentagens de recuperação obtidas para amostra de feijão, com adições de três concentrações diferentes de cada nutriente, por via seca e por via úmida.

| Nutriente | Adição 1 | | | Adição 2 | | | Adição 3 | | |
|-----------|-----------------------------|------------|-------------|-----------------------------|------------|-------------|-----------------------------|------------|-------------|
| | Conc. (mg.L ⁻¹) | % rec seca | % rec úmida | Conc. (mg.L ⁻¹) | % rec seca | % rec úmida | Conc. (mg.L ⁻¹) | % rec seca | % rec úmida |
| Ca | 4 | 101 | 89 | 40 | 98 | 87 | 80 | 99 | 95 |
| Cr | 0,04 | 96 | 84 | 0,4 | 88 | 84 | 0,8 | 88 | 89 |
| Cu | 0,2 | 102 | 91 | 2 | 97 | 87 | 4 | 89 | 94 |
| Fe | 0,4 | 100 | 95 | 4 | 100 | 90 | 8 | 95 | 95 |
| K | 4 | 88 | 100 | 40 | 105 | 97 | 80 | 105 | 99 |
| Mg | 1 | 88 | 98 | 10 | 109 | 95 | 20 | 103 | 97 |
| Mn | 0,02 | 80 | 100 | 0,2 | 103 | 94 | 0,4 | 97 | 95 |
| Na | 4 | 108 | 107 | 40 | 110 | 85 | 80 | 98 | 93 |
| P | 4 | 86 | 100 | 40 | 109 | 96 | 80 | 103 | 97 |
| Zn | 0,4 | 98 | 97 | 4 | 96 | 85 | 8 | 97 | 91 |

Conc.= concentração; rec=recuperação.

proposto apresenta aceitável exatidão além de não exibir diferença significativa em relação ao método por via seca.

Sete análises da amostra sem adição de padrões foram realizadas para estudo de repetitividade²⁶, utilizando-se mesmo procedimento de medição, analista, equipamento e laboratório, além de repetições em curto espaço de tempo. A precisão pôde ser avaliada a partir dos dados gerados por meio do cálculo das estimativas de desvios-padrão de repetitividade (S_r), do coeficientes de variação (CV) e dos limites de repetitividade (r) para um nível de confiança de 95%²³. Como pode ser observado na Tabela 4, todos os valores calculados para os limites de repetitividade ($r = 2,8S_r$) de cada nutriente apresentam-se precisos, isto é, as diferenças entre as réplicas são menores que r . No caso do sódio em particular, embora S_r apresente-se aparentemente elevado (em torno de 20%), devem ser considerados dois fatores principais: primeiro, a relativamente baixa concentração deste nutriente no feijão conduz a uma diminuição na precisão²⁷; segundo, sódio é um elemento comumente presente formando compostos que, em sua grande maioria, são solúveis em meio aquoso portanto, sódio é bastante disponível e poderá acarretar contaminações nas amostras comprometendo não somente a exatidão, mas também a precisão, principalmente a baixas concentrações (mg.kg^{-1}).

Comparação entre os teores obtidos para os nutrientes inorgânicos nas amostras de feijão e os respectivos valores declarados em tabelas de composição de alimentos

Usando-se o método de preparação de amostras por hidrólise com HCl (sem qualquer pré-tratamento como, por exemplo, trituração ou liofilização), foram analisadas quarenta amostras de feijão comum (*Phaseolus vulgaris*, variedade Carioca), cru, comercializadas no estado de São Paulo (Brasil). A Tabela 5 mostra a estatística descritiva para os nove nutrientes analisados, observando-se que as concentrações determinadas de cada nutriente nas quarenta amostras apresentaram distribuições normais.

Na Tabela 6 são apresentados os teores médios dos nutrientes inorgânicos obtidos neste estudo junto aos valores declarados em 6 tabelas de composição de alimentos, sendo duas nacionais (Philippi⁸ e NEPA²⁸), e quatro internacionais (SOUCI²⁹, CIQUAL³⁰, McCance³¹ e USDA³²).

De modo geral, pode-se observar que os teores obtidos para os elementos analisados à exceção do sódio, são comparáveis aos valores declarados pelas compilações apresentadas. No caso do sódio, mesmo considerando que dados sobre a composição dos alimentos possam variar conforme fatores inerentes ao cultivo e de processamento, além de serem afetados pela amostragem, pela preparação da amostra, pelo método analítico empregado na determinação e até pelo tratamento estatístico dos dados experimentais obtidos²⁰⁻²², é grande a divergência observada no conteúdo de sódio. Contudo, a similaridade entre os resultados obtidos para os nutrientes inorgânicos no presente estudo e aqueles constatados na compilação nacional do NEPA²⁸ também deve ser ressaltada.

Tabela 4. Coeficiente de variação (CV), limite de repetitividade (r) e concentrações médias dos nutrientes das 7 replicatas de uma amostra de feijão analisadas pelo método proposto sob condições de repetitividade.

| Resultados | Concentração (mg.kg^{-1}) | | | | | | | | |
|------------|--------------------------------------|------|------|-------|------|------|------|------|------|
| | Ca | Cu | Fe | K | Mg | Mn | Na | P | Zn |
| Média | 960 | 7,15 | 49,8 | 10650 | 1640 | 11,1 | 22 | 3025 | 22,3 |
| S_r | 70 | 0,13 | 1,2 | 310 | 40 | 0,4 | 5 | 55 | 0,9 |
| CV | 7,3 | 2,0 | 2,4 | 2,9 | 2,4 | 3,6 | 23 | 1,8 | 4,0 |
| r | 196 | 0,36 | 3,4 | 870 | 110 | 1,1 | 15,0 | 150 | 2,5 |

Tabela 5. Estatística descritiva para os nutrientes inorgânicos analisados em 40 amostras de feijão comercializadas no Estado de São Paulo, Brasil.

| Resultados | Concentração (mg.100g^{-1}) | | | | | | | | |
|---------------|--|-----|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | Ca | Cu | Fe | K | Mg | Mn | Na | P | Zn |
| Média | 120 | 0,8 | 6,0 | 1370 | 170 | 1,5 | 1,4 | 350 | 2,6 |
| Desvio padrão | 20 | 0,1 | 0,9 | 80 | 10 | 0,4 | 0,4 | 50 | 0,3 |
| Mediana | 110 | 0,8 | 5,8 | 1380 | 170 | 1,4 | 1,4 | 350 | 2,6 |
| Valor mínimo | 60 | 0,6 | 4,5 | 1180 | 150 | 0,9 | 0,8 | 130 | 2,2 |
| Valor máximo | 180 | 1,1 | 7,9 | 1560 | 190 | 2,7 | 2,5 | 480 | 3,6 |

Tabela 6. Comparação entre os teores de nutrientes inorgânicos em feijão cru declarados em tabelas de composição de alimentos e os resultados obtidos neste estudo.

| Nutriente inorgânico (mg.100g ⁻¹) | | | | | | | | | |
|---|-------|------|------|-----|-------|-------|-----|------|----------------------------|
| Ca | Cu | Fe | K | Mg | Mn | Na | P | Zn | Fonte |
| 120 | 0,8 | 6,0 | 1370 | 170 | 1,5 | 1,4 | 350 | 2,6 | Este trabalho |
| 83 | 0,7 | 6,7 | 1359 | 138 | 1,11 | 12 | 406 | 2,8 | Philippi ⁸ |
| 123 | 0,79 | 8,0 | 1352 | 210 | - | < 0,4 | 385 | 2,9 | NEPA ²⁸ |
| 197 | - | 7 | 1770 | - | - | 570 | 420 | - | Souci et al ²⁹ |
| 165 | - | 7 | 1450 | 180 | - | 15 | 350 | - | Favier et al ³⁰ |
| 81 | 0,75 | 7,6 | 1170 | 140 | 1,3 | 16 | 410 | 3,2 | McCance ³¹ |
| 143 | 0,958 | 8,20 | 1406 | 140 | 1,021 | 24 | 407 | 2,79 | USDA ³² |

Contribuição do consumo de feijão às IDR dos nutrientes inorgânicos investigados

A Tabela 7 exhibe as IDR para os nove nutrientes investigados juntamente com as respectivas contribuições do consumo médio de feijão pela população de acordo com dados da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)² que situou-se, em 2001, em torno de 14,9kg/habitante/ano ou, aproximadamente, 40,8g/habitante/dia. Como pode ser observado na Tabela 7, o feijão comum é uma boa fonte de vários nutrientes inorgânicos: Cu, Mg, Mn, P, Fe, Zn, por apresentarem porcentagens maiores que 15% da IDR de referência, sendo menos importante como fonte de Ca e K, mas uma inexpressiva fonte de Na.

Tabela 7. Contribuição do consumo médio de feijão pela população brasileira, à Ingestão Diária Recomendada (IDR) de 9 nutrientes inorgânicos.

| Nutriente | IDR adultos (mg) | Contribuição do feijão à IDR (em %), por consumo médio de 40,8 g/habitante/dia |
|-----------|------------------|--|
| Ca | 1000 | 4,9 |
| Cu | 0,90 | 36 |
| Fe | 14 | 17 |
| K | 4700 | 12 |
| Mg | 260 | 27 |
| Mn | 2,3 | 27 |
| Na | 1500 | 0,038 |
| P | 700 | 20 |
| Zn | 7 | 15 |

CONCLUSÕES

A digestão de amostras de feijão comum cru por hidrólise com HCl, visando a determinação dos nutrientes inorgânicos Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn, por espectrometria de emissão

óptica com plasma de argônio indutivamente acoplado, apresentou parâmetros de validação satisfatórios, exibindo ainda simplicidade e relativa rapidez, permitindo a análise multielementar e simultânea de um número relativamente grande de amostras.

Com relação à comparação dos resultados obtidos com os declarados nas tabelas de composição de alimentos, verificou-se que, à exceção do sódio, os valores são comparáveis entre si.

Finalmente, em comparação ao que foi afirmado anteriormente, pode ser confirmado que o feijão comum comercializado no estado de São Paulo é uma boa fonte dos nutrientes: Cu, Mg, Mn, P, Fe e Zn. Contudo, a contribuição do Ca e K à IDR revelou-se menos importante, enquanto que para o elemento Na revelou-se inexpressiva.

REFERÊNCIAS

1. Adsule RN, Desphande SS, Sathe SK. French bean. In: Salunkhe DK, Kadan SS, editors. Handbook of Vegetable Science and Technology/Production, Composition, Storage, and Processing. New York: Marcel Dekker Inc.; 1998. p. 457-69.
2. EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária: Sistemas de produção do feijoeiro. Disponível em <http://www.cnpaf.embrapa.br> - Acesso em 31/07/2006.
3. Anderson JW, Smith BM, Washnock CS. Cardiovascular and renal benefits of dry bean and soybean intake. *Am J Clin Nutr* 1999; 70 (3): 464S-474S.
4. Barampama Z, Simard RE. Nutrient composition, protein quality and antinutritional factors of some varieties of dry beans (*Phaseolus vulgaris*) grown in Burundi. *Food Chem* 1993;47: 159-67.
5. Charley H, Weaver C. Foods - A Scientific Approach. 3rd ed. Merrill Prentice Hall; 1998.
6. Meiners CR, Derise NL, Lau HC, Crews MG, Ritchey SJ, Murphy EW. The content of nine mineral elements

- in raw and cooked mature dry legumes. *J Agric Food Chem* 1976; 24(6): 1126-30.
7. Oliveira LFA. Efeito da ingestão da mistura de arroz e feijão na biodisponibilidade de Fe e Ca [Mestrado]. Viçosa, Minas gerais: Universidade Federal de Viçosa, 1997.
 8. Philippi ST. Tabela de Composição de Alimentos: Suporte Para Decisão Nutricional. Brasília: ANVISA, FINATEC/NUT-UnB; 2002.
 9. Sathe SK, Desphande SS, Reddy NR. Dry beans of *Phaseolus*: a review. Part 2. Chemical composition: carbohydrates, fiber, minerals, vitamins and lipids. *CRC Crit Rev Food Sci Nutr* 1984; 21: 41-93.
 10. Sgarbieri VC, Antunes PL, Almeida LD. Nutritional evaluation of four varieties of dry beans. *J Food Sci* 1979;44: 1306-8.
 11. Moura NC, Canniatti-Brazaca SG. Avaliação da disponibilidade de ferro de feijão comum (*Phaseolus vulgaris* L.) em comparação com carne bovina. *Ciênc Tecnol Aliment* 2006; 26(2): 270-6.
 12. Miller-Ihli NJ. Trace element determinations in foods and biological samples using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry and flame atomic absorption spectrometry. *J Agric Food Chem* 1996; 44: 2675-9.
 13. Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4ª ed. Brasília: Ministério da Saúde/Agência Nacional de Vigilância Sanitária; 2005.
 14. Oliveira E. Sample preparation for atomic spectroscopy: evolution and future trends. *J Braz Chem Soc* 2003; 14 (2): 174-82.
 15. AOAC. Official Methods of Analysis of AOAC International - Method 985.01. 16ª ed. Gaithersburg: Association of Official Analytical Chemists; 1995.
 16. Cabanis MT, Cassanas G, Cabanis JC, Brun S. Comparison of four methods for digesting food samples for determination of trace levels of cadmium by flameless atomic absorption spectrophotometry. *J Assoc Off Anal Chem* 1988; 71(5): 1033-7.
 17. Gawalko EJ, Nowicki TW, Babb J, Tkachuk R. Comparison of closed-vessel and focused open-vessel microwave dissolution for determination of cadmium, copper, lead, and selenium in wheat, wheat products, corn bran, and rice flour by transverse-heated graphite furnace atomic absorption spectrometry. *JAOAC Int* 1997; 80(2): 379-87.
 18. Kira CS, Maio FD, Maihara VA. Comparison of partial digestion procedures for determination of Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, and Zn in milk by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry. *JAOAC Int* 2004; 87(1): 151-6.
 19. Sun DH, Waters JK, Mawhinney TP. Determination of thirteen common elements in food samples by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry: comparison of five digestion methods. *JAOAC Int* 2000; 83(5): 1218-24.
 20. Makhlof J, Zee J, Tremblay N, Bélanger A, Michaud MH, Gosselin A. Some nutritional characteristics of beans, sweet corn and peas (raw, canned and frozen) produced in the Province of Quebec. *Food Res Int* 1995; 28 (3): 253-9.
 21. Palmero MR, Bargalló AIC, Sabater CL, Boronat CT, Urgell MR. Assesment of dietary nutrient intakes: analysed vs calculated values. *Food Chem* 1998; 61(1/2): 215-21.
 22. Sika M, Terrab A, Swan PB, Hegarty PV. Composition of selected moroccan cereals and legumes: comparison with the FAO table for use in Africa. *J Food Comp Anal* 1995; 8: 62-70.
 23. INMETRO. Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos. Disponível em <http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/laboratorios/calibensaios.asp>. São Paulo: Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial; 2003.
 24. EURACHEM. The fitness for purpose of analytical methods: a laboratory guide to method validation and related topics. Disponível em <http://www.eurachem.ul.pt/guides/valid.pdf>. Budapest: EURACHEM, 2003.
 25. SANCO. European Commission - Guidance document on residue analytical methods; 2000.
 26. INMETRO. Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia. 2ª ed. Brasília: Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial/SENAI/DN; 2000.
 27. Skoog DA, West DM, Holler FJ, Crouch SR. Fundamentals of Analytical Chemistry. 8ª ed. Belmont: Thomson Learning Inc.; 2004.
 28. NEPA. Tabela Brasileira de Composição de Alimentos - TACO, versão 1. Disponível em <http://www.unicamp.br/nepa/taco/tabela.php>. Campinas: Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentação, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP); 2006.
 29. Souci SW, Fachmann W, Kraut H. Food Composition and Nutrition Tables. 5ª ed. Stuttgart: Medpharm Scientific Publishers; 1994.
 30. Favier J-C, Ireland-Ripert J, Toque C, Feinberg M. Repertório Geral dos Alimentos, Tabela de Composição. 2ª ed. São Paulo: Editora Roca Ltda; 1999.
 31. McCance RA, Widdowson's EM. The Composition of Foods. 6ª ed. Londres: The Royal Society of Chemistry and Ministry of Agriculture, Fisheries and Food; 2002.
 32. USDA. USDA nutrient database for standard reference. Disponível em <http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp>. Beltsville: United States Department of Agriculture; 2005.