

SISTEMA DIGESTOR PARA DESTRUIÇÃO DE MATÉRIA ORGÂNICA EM ANÁLISE DE ALIMENTOS*

Alice Momoyo SAKUMA**
Jorge José do Vale OLIVEIRA**
Odair ZENEBO**
Paulo TIGLEA**
Maria Anita SCORSARAVA**

RIALA6/676

SAKUMA, A.M.; OLIVEIRA, J.J.V., ZENEBO, O.; TIGLEA, P. & SCORSARAVA, M.
A. — Sistema digestor para destruição de matéria orgânica em análise de
alimentos. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 49 (2):179-182, 1989.

RESUMO: É proposto um sistema simples para mineralização, por via úmida, de amostras de alimentos contendo matéria orgânica. Foram testados vários tipos de alimentos e constatou-se que a aparelhagem apresenta eficiência e vantagem em relação aos métodos normalmente utilizados para destruição de matéria orgânica nas determinações de contaminantes metálicos em alimentos.

DESCRIPTORIOS: matéria orgânica, sistema simples para destruição; alimentos, destruição de matéria orgânica; contaminantes metálicos, determinação em alimentos.

INTRODUÇÃO

Nas determinações de contaminantes metálicos em alimentos, qualquer que seja o método utilizado para quantificá-los, uma das etapas limitantes é a destruição da matéria orgânica.

Diferentes métodos para eliminação de material orgânico são propostos para cada tipo de alimento e para cada íon inorgânico a ser analisado. Estão baseados em procedimentos que envolvem tratamento por via seca ou por via úmida^{3,5,6,7,8,9,10}.

Na destruição de matéria orgânica por via seca utiliza-se mufla com temperatura controlada. A técnica é demorada e apresenta o inconveniente de provocar perdas, por volatilização, de alguns metais a serem determinados, além de requerer a utilização de cápsulas de platina ou de porcelana de ótima qualidade^{1,2,10}. Para contornar estas situações adversas, pode-se adotar, como

alternativa, o método por via úmida, que exige reagentes puros e capela que apresente boa exaustão, pois os vapores e gases liberados do sistema oxidante são altamente tóxicos e corrosivos.

A digestão de matéria orgânica por via úmida com adição de ácidos é de aplicação universal, com exceção de alimentos com alto teor de gorduras, devido ao risco de explosão. No entanto, uma vez que tal digestão é normalmente efetuada com aquecimento em frasco aberto (Béquer ou Erlenmeyer), existem riscos de perdas por projeções de porções da amostra para fora do sistema, o que acarretaria erro analítico.

O objetivo desse trabalho é a proposição de um sistema fechado, simplificado em relação àquele apresentado pelo Analytical Methods Committee⁴, destinado à destruição de matéria orgânica por via úmida viável à maioria dos laboratórios.

* Realizado na Seção de Equipamentos Especializados do Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, SP.

** Do Instituto Adolfo Lutz.

MATERIAL E MÉTODO

Material

Para testar a eficiência do aparelho desenvolvido, foram utilizados vários tipos de amostras de alimentos recebidas normalmente pelo Instituto Adolfo Lutz para análise bromatológica. Essas amostras foram escolhidas em função das dificuldades apresentadas para a mineralização da matriz orgânica.

Equipamento

O sistema proposto para ser utilizado na destruição da matéria orgânica está esquematizado nas figuras 1 e 2. Trata-se de aparelhagem em vidro, à base de borossilicato, com seis aberturas onde são inseridos balões de Kjeldahl de 100 ml de capacidade e frascos graduados, providos de torneiras, com conexões esmerilhadas, proporcionando a destruição simultânea de matéria orgânica em seis amostras. Em uma das extremidades do sistema fechado está conectado um frasco lavador com água e tendo como segmento uma trompa de vácuo. Isto permite que a operação seja acelerada, além de permitir que os gases liberados no processo sejam dissolvidos na água,

eliminando desta maneira, o uso de uma capela com exaustão. Do lado esquerdo do aparelho há uma válvula de segurança e uma torneira para controlar o vácuo dentro do sistema.

Reagentes

Peridrol (30%) p.a.

Ácido nítrico concentrado p.a.

Solução de peridrol

Preparar uma solução de peridrol, com água desmineralizada, na proporção de 2:1.

Método

Pesar, com precisão de mg, cerca de 2 g da amostra de alimento, previamente triturada e homogeneizada. Transferir quantitativamente para o balão de Kjeldahl, inserindo-o na aparelhagem e iniciar a produção de vácuo com auxílio da trompa de vácuo. Através do funil graduado, situado acima do balão, adicionar 5 ml de ácido nítrico. Iniciar o aquecimento brando do balão por intermédio do bico de Bunsen sob tela de amianto. Sucessivamente, adicionar lentamente novas alíquotas de 5 ml de ácido nítrico e elevar o aquecimento até aproximadamente 350°C na su-

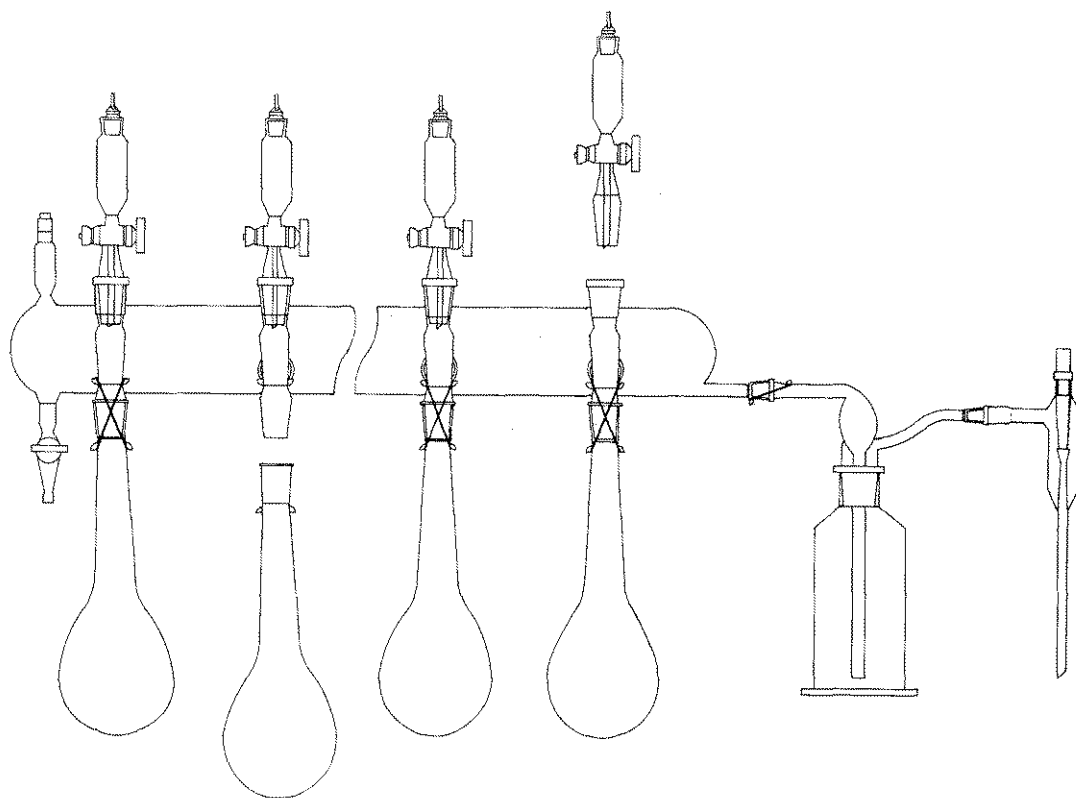


Figura 1 — Sistema digestor para destruição de matéria orgânica. Vista frontal.

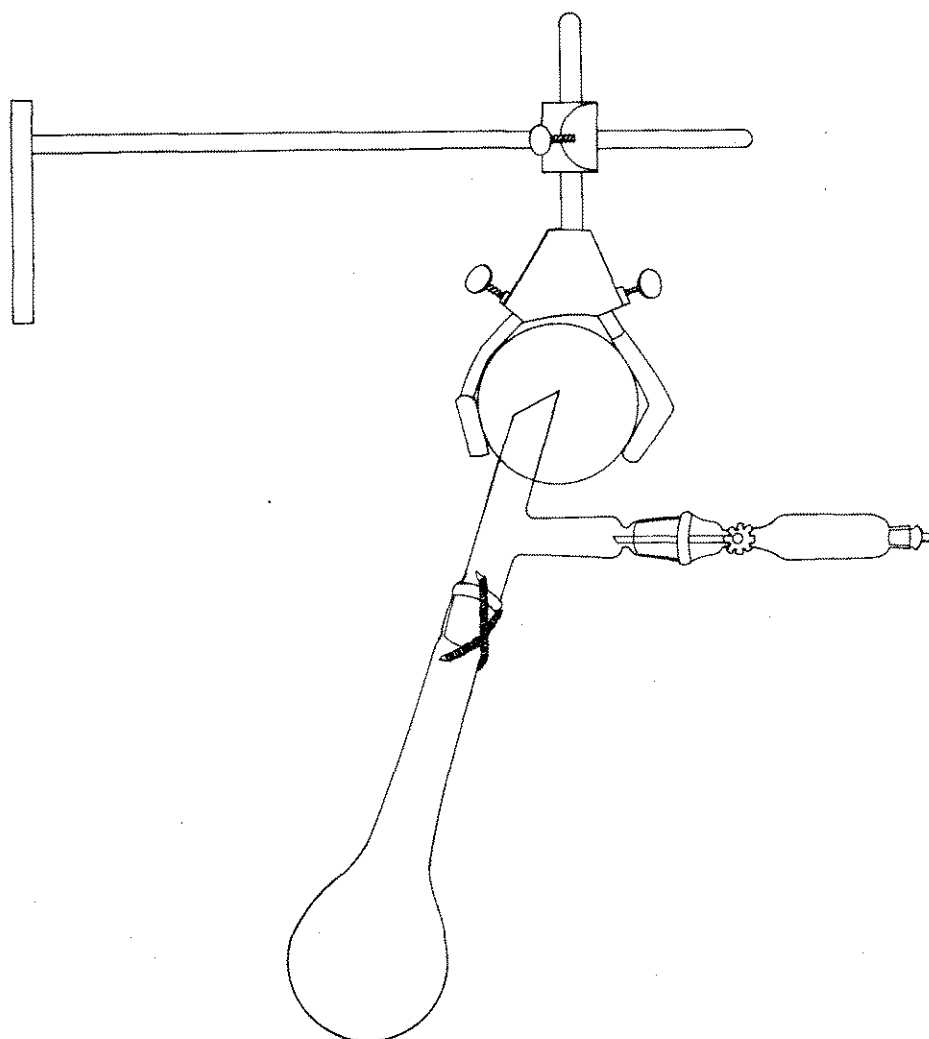


Figura 2 — Sistema digestor para destruição de matéria orgânica. Vista lateral.

perfície do aquecedor. Repetir a operação anterior até que nova adição de ácido nítrico não provoque desprendimento significativo de óxido nítrico. Interromper o aquecimento e adicionar lentamente ao balão de Kjeldahl 5 ml da solução de peridrol. Após alguns minutos, reiniciar o aquecimento e conservá-lo até que o resíduo fique branco ou levemente amarelado. A interrupção do aquecimento visa evitar a ocorrência de reação violenta. As quantidades de reagentes e o tempo de digestão variam com o tipo de alimento.

RESULTADOS

Os volumes de ácido nítrico e o tempo de digestão para a completa mineralização da amostra variaram de acordo com o alimento testado, conforme resultados expressos na tabela 1.

TABELA 1

Volume de HNO₃ e tempo de digestão necessários para mineralização de amostras de alimentos

Amostra	Volume total de HNO ₃ (ml)	Tempo* (min.)
Gelatina	20	90
Leite em pó	20	90
Fígado	15	90
Carne	20	120
Macarrão	20	90
Café	20	90
Arroz	15	90
Feijão	15	100
Cenoura	10	50
Couve	10	50

* Tempo necessário para destruição completa de matéria orgânica e para a evaporação total dos ácidos até a obtenção de um resíduo branco.

DISCUSSÃO

Destes resultados conclui-se que o tempo máximo para destruir a matéria orgânica das amostras de diferentes matrizes foi de 120 minutos, demonstrando eficiência e rapidez na sua mineralização. É bastante adequado para análise de rotina quando se necessita de resultados rápidos e confiáveis.

O método proposto é adequado às determinações de metais pela maioria das técnicas analíticas usualmente empregadas, incluindo os métodos eletroquímicos.

Foi verificado que a eficiência do sistema

proposto depende do vácuo produzido pela trompa, a qual deve ser de vidro e construída de forma conveniente. Máximo vácuo é obtido com alta vazão de água.

É necessário cuidado, por parte do analista, quando se fizerem adições de reagentes ao sistema já aquecido, pois adições rápidas podem provocar o trincamento do balão com a conseqüente perda da amostra.

O tempo para esta operação foi bem inferior ao das outras técnicas utilizadas rotineiramente, tornando-a adequada à maioria dos laboratórios por dispensar o uso de capela de exaustão.

RIALA6/676

SAKUMA, A.M.; OLIVEIRA, J.J.V.; ZENEBON, O.; TIGLEA, P. & SCORSARAVA, M.A. — Digestion system for destruction of organic matter in food analyses. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 49(2):179-182, 1989.

ABSTRACT: It is proposed a simple system to destroy organic matter by wet digestion. Several kinds of foods were tested and the results showed that this method is more efficient and faster than the conventional methods used for ashing organic matter in order to evaluate metallic contaminants in foods.

DESCRIPTORS: organic matter, digestion system for its elimination; foods, organic matter destruction; metallic contaminants, determination in foods.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BLACK, L.T. — Comparison of three atomic absorption techniques for determining metals in soybean oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 12: 88-91, 1975.
2. KAKULU, S.E.; OSINBAJO, O. & AYAYI, S.O. — Comparison of digestion methods for trace metal determination in fish. *Int. J. Environ. anal. Chem.*, 30(3): 209-17, 1987. *Apud Food Sci. Technol. Abstr.* 20(10), 1988-10R5.
3. MENDEN, E.E.; BROCKMAN, D.; CHOUDHURY, H. & PETERING, H. G. — Dry ashing of animal tissues for atomic absorption spectrometric determination of zinc, copper, cadmium, lead, iron, manganese, magnesium and calcium. *Anal. Chem.*, 49(11): 1644-5, 1977.
4. METHODS for destruction of organic matter — *Analyst*, 85:643-656, 1960.
5. PREER, R.J.; STEPHENS, R.B. & BLAND, C.W. — Sample preparation in determination of lead in garden vegetables by flame atomic absorption spectrophotometry. *J. Assoc. Off. anal. Chem.*, 65(4): 1010-15, 1982.
6. SATZGER, R.D.; BONNIN, E. & FRICKE, F.L. — Development of a quality assurance program for determination of ultratrace background levels of lead and anodic stripping voltametry. *J. Assoc. Off. anal. Chem.*, 67(6): 1138-40, 1984.
7. SERRA, T.M. & SERRANO, J.F.V. — Influence of phosphorus and calcium on flame atomic absorption spectrophotometric determination of lead in canned fish products. *J. Assoc. Off. anal. Chem.*, 67(1): 186-7, 1984.
8. THE USE of 50 per cent hydrogen peroxide for the destruction of organic matter — *Analyst*, 92: 403-7, 1967.
9. THE USE of 50 per cent hydrogen peroxide for the destruction of organic matter — *Analyst*, 101: 62-6, 1976.
10. THORNBURG, W. — Precautions in ashing techniques for lead determination in food. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 65(4): 992-3, 1982.

Recebido para publicação em 23 de maio de 1989.