



Instituto Politécnico
de Castelo Branco
Escola Superior
Agrária

Determinação de Elementos Minerais em Arroz Integral por ICP-MS e ICP-OES

Licenciatura em Nutrição Humana e Qualidade Alimentar

Tânia Isabel Dias Freire

Orientadores

Orientadora interna: Prof. Adjunta Maria de Fátima Pratas Peres

Orientadora externa: Doutora Isabel Castanheira

Outubro de 2013



Determinação de Elementos Minerais em Arroz Integral por ICP-MS e ICP-OES

Tânia Isabel Dias Freire

Orientadores

Orientadora interna: Prof. Adjunta Maria de Fátima Pratas Peres

Orientadora externa: Doutora Isabel Castanheira

Relatório de Estágio apresentado à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Licenciatura em Nutrição Humana e Qualidade Alimentar realizada sob a orientação científica da Dr^a Isabel Castanheira do Instituto Nacional de Saúde Dr. Ricardo Jorge e da Professora Adjunta Maria de Fátima Pratas Peres, do Instituto Politécnico de Castelo Branco.

Outubro de 2013

“... Cada pessoa que passa na nossa vida, passa sozinha, é porque cada pessoa é
única e nenhuma substitui a outra...”

(Charles Chaplin)

Agradecimentos

Aos meus pais por todo o apoio e esforço que fizeram para eu poder realizar o meu sonho.

À minha irmã por todo o apoio e ajuda que me prestou durante estes anos.

A toda a minha família que me apoiou durante o decorrer destes últimos anos.

Às minhas colegas de casa Cátia Almeida e Inês Costa por todo o companheirismo prestado durante estes últimos anos.

A todos os meus professores por toda a ajuda e ensinamento que me transmitiram ao longo de todo o curso, especialmente à professora Paula Simões por toda a ajuda e apoio prestado.

Aos meus colegas de curso, pois apesar das divergências que ocorreram durante o curso, vão ficar sempre na minha memória.

À minha orientadora externa Doutora Isabel Castanheira por todo o apoio prestado durante o decorrer do meu estágio, nomeadamente na ajuda na elaboração do relatório de estágio.

À minha orientadora interna Professora Fátima Peres por toda a ajuda prestada na elaboração e correção do relatório de estágio.

Às minhas colegas do INSA, Inês Coelho, Ana Cláudia, Sandra Gueifão e Marina Saraiva por toda a ajuda e ensinamento que me transmitiram durante o meu estágio.

A todos aqueles que me apoiaram durante esta fase da minha vida um muito obrigada.

Obrigada a todos os que tornaram possível a realização deste sonho!!!

Resumo

O presente trabalho teve como objetivos a determinação de cobre, cobalto, estrôncio, manganês, selênio, vanádio e zinco (Co, Cu, Sr, Mn, Se, V, Zn) e dos contaminantes arsênio, crômio, cádmio, chumbo e níquel (As, Cr, Cd, Ni, Pb) presentes no arroz por espectrometria de massa acoplado a plasma induzido (ICP-MS), bem como a avaliação do teor em cálcio, ferro, fósforo, magnésio, potássio e sódio por espectrometria de emissão ótica acoplada a plasma induzido (ICP-OES); posteriormente verificou-se se existia alguma correlação entre os compostos presentes nas amostras.

As amostras analisadas encontravam-se repartidas por 7 tipos diferentes de arroz, nomeadamente: integral, vaporizado, sushi, risotto, branco e ainda a casca e o farelo. As amostras foram analisadas para comparar as quantidades obtidas dos elementos analisados com o arroz integral, de forma a verificar se existiam grandes diferenças ao nível dos elementos analisados.

Para a determinação do Co, Cu, Sr, Mn, Se, V e Zn e dos contaminantes As, Cr, Cd, Ni e Pb por ICP-MS seguiu-se a norma ISO 11885. O Ca, Fe, P, Mg, K e Na foram determinados por ICP-OES segundo a mesma norma.

Nas amostras analisadas por ICP-MS os elementos em maiores quantidades foram o manganês, o cobre e o zinco. Relativamente à análise dos minerais por ICP-OES o fósforo, o magnésio e o potássio foram os que se encontraram em maiores quantidades.

Foram encontradas fortes correlações ($R > 0,70$) entre os componentes inorgânicos e os minerais devido à origem dos elementos ser semelhante entre si.

Verificou-se que o tipo de tratamento aplicado aos grãos de arroz influencia a sua composição nutricional.

Palavras chave

Arroz (*Oryza sativa L.*), minerais, ICP-MS, ICP-OES

Abstract

The aim of this study was the determination of copper, cobalt, strontium, manganese, nickel, selenium, vanadium and zinc (Co, Cu, Sr, Mn, Se, V, Zn) and the contaminants arsenic, chromium, cadmium, nickel and lead (As, Cr, Cd, Ni, Pb) present in rice by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), as well as the evaluation of the concentration of calcium, iron, phosphorus, magnesium, potassium and sodium by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES); subsequently a verification was conducted to find any correlation between the compounds present in the samples.

The analyzed samples were distributed by 7 different types of rice, namely: whole grain, vaporized, sushi, risotto, white and also the husk and the bran. The samples were analyzed to compare the obtained quantities of the analyzed elements with the whole grain rice, in order to check if there were great differences concerning the level of the analyzed elements.

For the determination of Co, Cu, Sr, Mn, Se, V and Zn and the contaminants As, Cr, Cd, Ni and Pb by ICP-MS the standard ISO 11885 was followed. Ca, Fe, P, Mg, K and Na were determined by ICP-OES following the same standard.

In the samples analyzed by ICP-MS the elements appearing in the highest quantities were manganese, copper and zinc. Concerning the analyses by ICP-OES, phosphorus, magnesium and potassium were the ones found in highest content.

Strong correlations ($R > 0.70$) were found between inorganic compounds and minerals due to the fact that the origin of the elements was similar.

It was found that the type of treatment applied to the rice grains influences its nutritional composition.

Keywords

Rice (*Oryza sativa* L.), minerals, ICP-MS, ICP-OES

Índice Geral

1. Introdução.....	1
2. O arroz na alimentação humana	1
2.1. Origem e dispersão	1
2.2. Morfologia	2
2.3. Produção Mundial.....	3
2.4. Composição do grão de arroz.....	4
2.5. Composição mineral.....	4
2.5.1. Cobalto (Co)	5
2.5.2. Cobre (Cu).....	5
2.5.3. Manganês (Mn).....	5
2.5.4. Selênio (Se).....	5
2.5.5 Zinco (Zn).....	6
2.5.6 Arsênio (As)	6
2.5.7. Cádmio (Cd)	7
2.5.8. Crômio (Cr).....	7
2.5.9. Chumbo (Pb).....	7
2.5.10. Níquel (Ni).....	7
2.5.11. Cálcio (Ca)	8
2.5.12. Ferro (Fe)	8
2.5.13. Fósforo (P)	8
2.5.14. Magnésio (Mg).....	8
2.5.15. Potássio (K)	8
2.5.16. Sódio (Na).....	9
3. Métodos Analíticos	9
3.1. Espectrometria de massa acoplado a plasma induzido (ICP-MS).....	9
3.2. Espectrometria de emissão ótica com plasma indutivo acoplado (ICP-OES).....	10
3.3. Validação dos métodos.....	10
3.3.1 Especificidade / Seletividade.....	10
3.3.2. Limite de Detecção (L.D.).....	11
3.3.3. Limite de Quantificação (L.Q.)	11
3.3.4. Sensibilidade.....	11
3.3.5. Robustez	11
3.3.6. Repetibilidade	12

3.3.7. Reprodutibilidade.....	12
3.3.8 Exactidão	12
3.4. Controlo da Qualidade Analítico.....	12
4. Materiais e Métodos	14
4.1. Amostras	14
4.2. Preparação das amostras	15
4.3. Reagentes:.....	17
4.4. Equipamentos	17
4.5. Condições de Otimização.....	17
5. Resultados e Discussão	18
5.1. Determinação dos Componentes Inorgânicos no Arroz.....	18
5.1. Determinação dos Minerais no Arroz	21
5.2. Análise das correlações entre os componentes inorgânicos analisados	23
6. Considerações Finais	25
Referências Bibliográficas	27
Anexos	29

Índice de figuras

Figura 1- Consumo humano de arroz branqueado e semibranqueado per capita (kg/hab) por comprimento do grão, Anual.....	3
Figura 2 - Representação esquemática do funcionamento de um ICP-MS	9
Figura 3 - Fluxograma de preparação da amostra.....	15

Lista de tabelas

Tabela 1 - Composição nutricional média (% na matéria seca) de arroz integral, arroz branqueado e arroz vaporizado.....	4
Tabela 2 - Designações utilizadas no trabalho e tipo de amostra analisadas.....	14
Tabela 3 - Programa de digestão por microondas usado para a matriz arroz.....	15
Tabela 4 - Pontos críticos do processo analítico	16
Tabela 5 - Condições de otimização dos equipamentos.....	17
Tabela 6 - Valor médio (μgkg^{-1}) dos componentes inorgânicos encontrados nos diferentes tipos de arroz.....	18
Tabela 7 - Valores médios (μgkg^{-1}) dos teores em contaminantes encontrados nos diferentes tipos de arroz.....	19
Tabela 8 - Valor médio (μgkg^{-1}) dos componentes inorgânicos encontrados no arroz integral	20
Tabela 9 - Valor médio e desvio padrão (mg/100g) dos minerais encontrados nos diferentes tipos de arroz.....	22
Tabela 10 - Correlações obtidas entre os componentes inorgânicos determinados nas amostras analisadas	23
Tabela 11 - Correlações obtidas entre os componentes inorgânicos e os minerais determinados nas amostras analisadas	24