

Determinação espectrofotométrica de ácido siálico em leite e bebida láctea explorando multicomutação em fluxo

Gustavo C. S. de Souza (IC)¹, Elaine M. O. Barbosa (PG)¹, Ricardo S. Honorato (PQ)², Ana Paula S. Paim (PQ)³, André F. Lavorante (PQ)^{1,*}

*aflavora@dq.ufrpe.br

¹LAQIS, Departamento de Química, Universidade Federal Rural de Pernambuco.

²Departamento da Polícia Federal, Superintendência Regional em Pernambuco, Recife, PE, Brazil

³Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco.

Palavras Chave: Análise por injeção em fluxo, multicomutação, leite, ácido siálico.

Introdução

A qualidade do leite produzido no Brasil tem sido alvo de constantes estudos ligados à adulteração de leite por adição de soro de queijo. A legislação brasileira proíbe a adição de soro de queijo ao leite de consumo e considera fraude a adição deste ao leite pasteurizado, esterilizado ou em pó¹. A quantificação de ácido siálico é, atualmente, o indicador mais recomendável para detectar a fraude do leite por adição de soro de queijo. O processo de multicomutação em fluxo tem como principal propriedade o gerenciamento independente das soluções, minimizando o consumo de soluções de reagentes e a geração de efluentes². Neste trabalho, foi desenvolvido um sistema em fluxo explorando o conceito de multicomutação para a determinação de ácido siálico em amostras de leite e bebidas lácteas.

Experimental

O módulo de análise (Fig. 1) foi construído empregando 4 minibombas solenóides com capacidade de 10 µL por pulso, 1 banho termostatizado (Novatecnica), 1 espectrofotômetro (Femto 700 plus) com uma cela de 10 mm de caminho ótico e volume de 80 µL. O software de controle do módulo de análise e aquisição de dados foi desenvolvido em Lab View 8.5. O procedimento analítico foi baseado na reação entre o ácido siálico e a ninidrina ácida resultando na formação de um complexo de coloração marrom amarelada. O composto formado foi monitorado em 470 nm. O procedimento de extração do ácido siálico em leite e bebidas lácteas foi realizado segundo Instrução Normativa nº 22³.

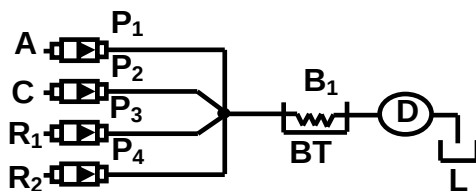


Figura 1. Diagrama de fluxo. A = amostra; C = H₂O; R₁ = ácido acético gálico; R₂ = ninidrina ácida; P₁, P₂, P₃ e P₄ = Minibombas solenóides; B.T. = banho termostatizado; B₁. = bobina de reação; D = detector; L = descarte.

Resultados e Discussão

Estudos preliminares da razão volumétrica entre o ácido siálico, ácido acético glacial e ninidrina ácida foram realizados empregando temperatura de 100°C durante 10 minutos, onde obteve-se uma melhor resposta utilizando os reagentes na proporção de 1:2:2, respectivamente. No procedimento proposto utilizando-se as soluções de ácido acético glacial e ninidrina ácida na concentração de 0,14 mol L⁻¹ foi obtido uma resposta linear entre 10 e 100 mg L⁻¹ $Y = (0,013 \pm 0,006) + (0,008 \pm 0,001) * X$, (R = 0,999, n = 5), estimado ao nível de confiança de 99,7%, desvio padrão relativo de 1,0 %, limite de detecção estimado em 1,5 mg L⁻¹ e frequência de amostragem de 20 determinações por hora. Os resultados obtidos estão mostrados na Tabela 1. Testes de potenciais interferentes e comparação com o método oficial vêm sendo realizados.

Tabela 1. Resultados obtidos pelo método proposto.

Amostra	Método proposto* (mg L ⁻¹)	R %
Leite natural	13,9	109
Leite UHT	72,8	115
Bebida láctea	318,5	106

* n=3

Conclusões

Os resultados obtidos mostraram a viabilidade do sistema. O sistema proposto é simples e de fácil operação, apresentando como vantagem a frequência analítica, a economia de reagentes e a diminuição na geração de efluentes quando comparado ao método oficial.

Agradecimentos

FACEPE, PIBIC/CNPq

¹BRASIL, Leis e Decretos, Decreto nº 30691, de 29 de março de 1952, D.O.U. - Diário Oficial da União; Poder Executivo, de 07 de julho de 1952, Acesso <http://e-legis.bvs.br/leisref/public/search.php> 05/09/2007.

² Reis B.F.; Giné, M.F.; Zagatto, E.A.G.; Lima, J.L.F.C.; Lapa, R.A.S. *Anal. Chim. Acta*, **1994**, 293, 129.

³ Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento do Brasil, Instrução Normativa nº 22, 14 de abril de 2003, Diário Oficial da União, 02 de maio de 2003, p. 3-25.