MINERAIS E VITAMINAS

Minerais

MINERAIS

- A quantidade de elementos minerais é de aproximadamente 1% (Cinzas)
- Individualmente variam na composição
- Elementos em proporções diferentes
- Origem do alimento influencia
- Solo
- Alimentação animal

MINERAIS

- Macroelementos – maior ou igual a 0,01%
- Silício, cálcio, fósforo, enxofre, cloro, potássio, manganês e sódio
- Microelementos – menor que 0,01%
- Cobre, ferro, níquel, estanho, cromo, flúor, magnésio, vanádio, cobalto, iodo, molibdênio e zinco

Lavagem de vidrarias

- **Macroelementos**
  - Detergente neutro
  - Água torneira
  - 2 vezes água destilada

- **Microelementos**
  - Detergente líquido
  - Água torneira
  - 2 vezes água destilada
  - Mistura água destilada 1+4
  - EDTA 10% pH 8,0
  - 2 vezes água deionizada (Contêm Cl e H)

MÉTODOS

Espectrofotometria de absorção atômica

- Melhor utilização de digestão úmida
- Ácido nítrico e perclórico
- Ótimos resultados para alimentos
- Modificação dos comprimentos de ondas
- Zinco 213,9 nm, Fe 248,3nm, sódio 589,0 nm

Incineração (via seca)

- 550°C por 2 horas
- Utilizada para concentrar Molibdênio
- Para a determinação de Boro
  - O H presente em solução combina com Cl e B e se torna volátil

Incineração (via seca)

- Fazer a incineração
- Solubilizar os elementos minerais em ácido hidroclorico –fervura
- Diluir em água
- Estimar a quantidade do elemento mineral desejado segundo diferentes metodologias

Via úmida

- 250 -350°C por 4 horas – digestão lenta
- Digestão nitro-perclórica(PE $HClO_4$=208°C e HNO_3=85°C)
- P colorímetro
- K e Ca Fotômetro de chama
- Mg, S, Cu, Fe, Mn e Zn

Digestão nitro-perclórica

- Fazer a digestão lenta até digerir o material e o volume reduzido à metade, esfriar. Não pode ter sobrenadante, se tiver, continuar com ácido nítrico.

- Adicionar ácido perclórico e aquecer.

OUTROS MÉTODOS

- **Silício**
- Cinzas
- Umedecer com ácido hidroclorico e água
- Filtrar e lavar o filtro
- Solução saturada de $NaCO_3$ e NaOH

MÉTODOS

- Deixar em repouso para decantar
- Filtrar em cadinho de placa porosa
- Lavar com água quente e HCl, várias vezes
- Nova incineração
- Fazer microscopia para presença de areia

MÉTODOS

- Inicial filtrado – pode determinar silício solúvel em alcali
- Tratamento com HCl e água, filtrar e incinerar
- Pode ser utilizado o ácido perclórico no lugar do HCl

MÉTODOS

- **Cálcio**
- O cálcio pode ser determinado por titulação com EDTA
- Incineração do material a 525°C
- HCl e água quente
- Utilizar coluna de resina
- Eliminação do fosfato
- Titular com EDTA (rosa para azul)

MÉTODOS

- **Magnésio**

- Titulação
- Interferente fosfatos
- Posterior titulação com EDTA

MÉTODOS

- **Potássio e Sódio**
- Procedimento clássico para determinação de potássio Lindo-Gladding – muitas variações
- Baseia-se na insolubilidade do perclorato em álcool e outros solventes orgânicos
- Métodos baseados na insolubilidade do tetrafenilborato de potássio
- Fotometria de chama – sódio e potássio

MÉTODOS

- **Fósforo**
- A maior parte dos métodos disponíveis para fósforo se baseiam em sua conversão em fosfomolibdato
- Separado por filtração
- Fosfomolibdato amônico pode dissolver-se em excesso de alcali
- Titulado com ácido ou em um excesso de amoníaco

MÉTODOS

- Precipitar o fósforo com fosfato amônico
- Incinera e é pesado na forma de pirofosfato de magnésio.
- Quando se pretende determinar traços de fósforo pode ser reduzido o fosfomolibdato a azul de molibdênio
- Determinar colorimetricamente

MÉTODOS

- 2 modificações
- Fosfomolibdato amarelo- colorimétrico
- Gravimétrico – fosfomolibidato de quinolina

MÉTODOS

- **Enxofre**
- Parte da tiamina, sulfatos orgânicos, aminoácidos e proteínas
- Maior parte em forma não oxidada
- Etapa oxidante
- Enxofre total com sulfato bárico

Métodos

- **Cloro**
- Traços, pobres em cloro
- Adição de cloreto de sódio
- Método de Volhard

MÉTODOS

- **Ferro**
- Métodos colorimétricos
- Bipirimidina
- Ferrozine

MÉTODOS

- **Cobre**
- Remoção de cloretos por aquecimento e posterior adição de ácido nítrico e sulfúrico
- Se necessário filtrar e requeimar
- 2,2'-biquinolina a 546nm
- Ferrocianeto de potássio - solução neutra
- Ditioxamida
- Dietilditiocarbamato de sódio
- Principal interferente Fe

MÉTODOS

- Vários métodos usam complexos carbamato cobre – solventes orgânicos
- Sais de ácido dibenzilditiocarbamico com extrações a pH baixo eliminando interferentes
- Dietilditiocarbamato de sódio – solução aquosa- adição de EDTA para diminuir a interferência de ferro

MÉTODOS

- **Zinco**
- Via seca ou úmida
- Padrão com sulfato de zinco
- Titulação
- Espectrofotométrico

vitaminas

VITAMINAS

- Micronutrientes orgânicos
- Solubilidade
- Dificuldade de análise em alimentos
- Interferentes
- Determinação de vitamina D na presença de vitamina A
- Determinação de vitamina C na presença de carboidratos

VITAMINAS

- Instáveis- O_2, luz, aquecimento
- Concordância entre vários métodos
- Purificação

VITAMINAS

- O_2 - vitamina C e A, D e E
- Luz - vitamina A, D, E, B_2, B_6, C e K
- Aquecimento – C e B_1 em meio alcalino
- Métodos rápidos
- Proteção do sol
- Evitar muita luz

VITAMINAS

- Colorimetria
- Certos grupos funcionais ou partes de moléculas
- Ácido fólico – ácido 4 aminobenzoilglutâmico
- Retinol – redução com tricloreto de antimônio (Reagente de Carr-Price)

VITAMINAS

- Cromatografia
- Separação e purificação
- Camada delgada- análises orgânicas
- HPLC grande sensibilidade, precisão e exatidão

VITAMINAS

- Titulação
- 2,6-diclorofenolindofenol
- Procedimento simples e rápido
- Fluorimetria
- Riboflavina e tiamina
- Microbiológicos
- Complexo B – produção de dióxido de carbono e turbidimetria

VITAMINAS

- Fontes de Erro
- Complexidade da composição dos alimentos
- Tratamento anterior a análise
- Perdas devido a luz e ar
- Influência de outras substâncias
- Perdas por adsorção

VITAMINAS

- Decomposição catalítica durante determinação
  - Aquecimento
  - Isomerização térmica
  - Reações entre vitaminas e constituintes particulares
  - Hidrólise
  - Extração

VITAMINAS

- Pode ser realizada adição de mesmo volume de solução contendo uma quantidade de vitamina pura próxima daquela esperada na amostra
- Realizar os mesmos procedimentos e comparar o valor obtido
- Realização de análises rápidas
- Evitar longas interrupções

VITAMINA A

- Absorção ultravioleta – mais simples e preciso
- Interferência de outras vitaminas que absorvem na mesma região
- Fotométricos
  - tricloreto de antimônio
  - α-dicloroidrina ativada
  - anidrovitamina A_2

β-CAROTENO

- Medida da cor amarela de solução de solvente orgânico
- Separação dos pigmentos em coluna ou camada delgada
- Amostra livre de pigmentos amarelos que podem ser solúveis em solventes orgânicos: pode simplificar o método

TIAMINA

- Fluorimetria - Reação de tiocromo
- Melhora de especificidade com a purificação por cromatografia
- Volumétricos, fotométricos e polarográficos
- Verificar os interferentes presentes no alimento

RIBOFLAVINA

- Fluorimetria – verde-amarela
- Fotometria – cor amarela da riboflavina
- Extração com solução acidificada – irradiada e medida
- Polarografia
- Sensibilidade a luz – aumenta com a T

VITAMINA B_6

- PIRIDOXAL, PIRIDOXINA, PIRIDOXAMINA
- Baixa quantidade
- Formas que diferem somente na posição 4
- Cores similares
- Componentes individuais HPLC

VITAMINA B_6

- Métodos:
  - Espectrofotométrico: Piridoxina e piridoxal
  - Cloreto férrico – cor marrom – não específica
  - Cor azul – 2,6 dicloroquínona
  - Titulação com ácido perclórico em meio não aquoso – substâncias puras-piridoxal
  - Fluorimetria para piridoxina – exige purificação

VITAMINA B_{12}

- Concentrações baixas- purificação
- HPLC – fase reversa
- Microbiológicos são adequados para produtos naturais
- Determinação fotométrica do grupo cianido da cianocobalamina em solução aquosa

ÁCIDO FÓLICO

Métodos microbiológicos e biológicos

- HPLC
  - Fase reversa
  - Condições fotolíticas-fluorescência
- Espectrometria de massa
- Forma 5-CH_3-H_4-folato – proteína ligadora – leite e cerejas
- Trienzima e folato conjugase

ÁCIDO NICOTÍNICO

- Métodos fotométricos
- Ácido nicotínico e suas amidas
- Absorção no Ultra violeta
- Dependente do pH, solução aquosa pura
- Cromatografia – camada delgada
- Biológicos

ÁCIDO ASCÓRBICO

- Se baseiam na propriedade redutora
- Titulações
- Principais interferentes:
  - Ácidos orgânicos
  - -SH
  - Redutonas
- HPLC

VITAMINA D

- Calciferol e colecalciferol
- Propriedades químicas semelhantes
- Interferência da vitamina A
- Métodos colorimétricos
  - Vitamina D em alcool

VITAMINA E

- Oxidação do α-tocoferol
- Ésteres de α-tocoferol são hidrolizados
- Sensitivo a luz e ao oxigênio atmosférico
- Titulação – substâncias puras
- Fotometria – cor vermelha
- HPLC