

DETERMINAÇÃO DE FERRO (II) EM FARINHAS ENRIQUECIDAS DE TRIGO PELO MÉTODO UV-VIS

ENRICHED WHEAT FLOUR IRON (II) DETERMINATION ACCORDING TO THE METHOD UV-VIS

ANA CAROLINNA CARVALHO BORGES

Discente do Curso de Química Industrial da Universidade Estadual de Goiás, Campus Henrique Santillo, Anápolis / GO
anacarolinnac@hotmail.com

KARIELY ANDRADE SILVA

Discente do Curso de Química Industrial da Universidade Estadual de Goiás, Campus Henrique Santillo, Anápolis / GO
kariely.andrade@gmail.com

CLEIBER CINTRA MORAIS

Discente do Curso de Química Industrial da Universidade Estadual de Goiás, Campus Henrique Santillo, Anápolis / GO
cleibermoraishotmail.com

ADRIANA DOS SANTOS FERNANDES

Docente do Curso de Química Licenciatura da Universidade Estadual de Goiás, Campus Henrique Santillo, Anápolis / GO
adrianapsf@gmail.com

Resumo: O ferro (Fe) é o quarto elemento encontrado na natureza em grande quantidade, no entanto, é transposto apenas pelo oxigênio, silício e alumínio. No organismo, é encontrado em diversas funções fisiológicas, porém ao ocorrer a diminuição, pode causar doenças como anemia ferropriva. Nesse contexto, observou-se a importância da inclusão de ferro na alimentação para a reposição no organismo através da fortificação de farinha de trigo na nutrição para os humanos, com a finalidade de evitar doenças severas. O objetivo desta pesquisa foi determinar ferro em farinhas enriquecidas, com intuito de verificar se as quantidades especificadas na embalagem estão de acordo com as normas estabelecidas. Foram coletadas três marcas de farinhas de trigo de uso comercial aleatoriamente em um Mercado (RIO VERMELHO), localizada no bairro Jundiá, Anápolis-GO no período de agosto de 2016. As farinhas foram separadas em três amostras e nomeadas em A, B e C. Metodologias de caráter qualitativo e quantitativo foram utilizadas na avaliação. Determinação qualitativa de ferro pelo Teste da Mancha ("SPOT TEST"), determinação quantitativa de Fe (II) (AOAC 944.02) e teor de umidade (AOAC, 1997) da determinação de umidade, para a obtenção de dados. Logo, o combate na deficiência de ferro e a prevenção são primordiais para a saúde, pois a carência pode trazer implicações biológicas, econômicas e sociais.

Palavras-chaves: Ferro. Farinhas de Trigo. UV/VIS.

Abstract: Iron is the fourth most abundant element in nature, only surpassed by oxygen, silicon, and aluminum. Iron plays several key physiological functions in the human organism. The lack thereof could lead to diseases such as iron deficiency anemia. In light of the malefices brought by a deficiency of iron in the organism, a subsequent addition of the element to wheat flour was deemed as necessary in order to prevent the occurrence of severe diseases. This research aims to determine whether iron is added to wheat flour in the proportions specified by law. Three wheat flour brands were randomly selected from a local supermarket (RIO VERMELHO) located in the vicinity of Jundiá, Anápolis-GO in August 2016. The selected flour were separated into three samples and

branded A,B, and C respectively. The following quantitative and qualitative methodologies were used in this evaluation to gather data: Iron qualitative gauging by the SPOT TEST, Fe(II) quantitative gauging by the AOAC 944.02 standard, and the measurement of the humidity content(AOAC 1997 for humidity measuring). In summary, the fight to end iron deficiency in people's diets is of utmost importance for public health. Because alternatively, insufficient amounts could result in biological, social, and economic implications.

Keywords: Iron. Wheat flour. UV/VIS.

1. INTRODUÇÃO

O ferro, em forma de elemento é o quarto mais abundante na natureza, sendo ultrapassado apenas pelo oxigênio, silício e alumínio. É um metal de transição com o número atômico 26 da tabela periódica, da família 8 (VIII B) no quarto período com a massa molar de 55,845 g.mol⁻¹. Assim, é identificado no meio ambiente em dois estados de oxidação: ferroso Fe (II) e férrico Fe (III). Na forma sólida está como metal ou ligado a outros compostos químicos, geralmente, apresentando a cor cinza a negra (FISBERG *et al.*, 2008).

No organismo o ferro é encontrado em diversas funções fisiológicas, como constituinte da hemoglobina (pigmento dos glóbulos vermelhos do sangue) na qual realiza o transporte de oxigênio, participando também de alguns constituintes proteicos, fazendo parte da mioglobina estocando o oxigênio no músculo. No citocromas proporcionam a respiração celular e diante das enzimas ativa a catalase, tendo em vista, a degradação de radicais livres (REVISTA FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2008).

A quantidade de ferro encontrada no organismo adulto aproxima-se entre 3g e 5g, sendo distribuído basicamente em duas classes: as substâncias essenciais ou funcionais, correspondendo em torno de 80% deste ferro, fazendo parte desse grupo a hemoglobina (65% a 70%), as citocromo-oxidas a,b,c, catalases, transferases e a mioglobina a 10%. Os outros 20% estão incluídos na forma de depósito, estocado nos hepatócitos e nas células do sistema retículo endotelial (SRE), na forma de ferritina e hemossiderina, sendo 1/3 no fígado e medula óssea e o remanescente no baço e nos tecidos (FISBERG *et al.*, 2008). Como mostra tabela 1.

O trigo possui importante função na escala econômica e nutricional da alimentação humana e a farinha de trigo é amplamente utilizada no setor industrial. Assim, por ser um ingrediente básico, a farinha de trigo é muito utilizada em vários produtos alimentícios, como pães, bolos, biscoitos, pudins, comida de bebês, macarrões e sopas (ADITIVOS & INGREDIENTES, 2016). Segundo a Associação Brasileira de Trigo, o cultivo do grão, está na humanidade há mais de 10 mil anos, onde foi iniciado na Mesopotâmia, área que atualmente vai do Egito ao Iraque, porém hoje, está disponível para toda a população (ABITRIGO, 2013).

TABELA 1 - Distribuição e quantidades aproximadas do ferro corporal no adulto

Distribuição	%	Quantidade de Ferro (mg)
Ferro funcional	70-80	N
Hemoglobina	60-70	1700-2500
Mioglobina/citocromos	5-10	300
Enzimas	3-5	150
Plasma (transferrina)	0,1	3
Absorção = perdas	N	1-2
Depósitos de ferro	20-30	N
Ferritina e Hemossiderina	N	1000-1500
Ferro total	100	4000

Onde: N (Não há quantidade)

Fonte: FISBERG *et al.*, 2008

A Organização Mundial de Saúde (OMS) determinou que adição de ferro seria necessário, com isto a ANVISA desenvolveu a resolução (RDC nº 344, de 13 de dezembro de 2002) (BRASIL, 2002), aprovando o regulamento técnico para a fortificação de farinhas de trigo e de milho com ferro e ácido fólico em indústrias. Existem então vários métodos que podem ser usados para a determinação de ferro e dentre eles está o método de espectrofotometria na região UV-VIS, que é muito utilizado nas técnicas analíticas, devido o custo relativamente baixo, sensibilidade e precisão nos resultados, possuindo grande aplicação em procedimentos que envolvem medidas diretas de espécies que absorvem radiação constituindo de uma ferramenta muito importante para a determinação de parâmetros físico-químicos e velocidades de reações (ROCHA *et al.*, 2004).

Alguns reagentes orgânicos podem ser utilizados no processo de determinação de ferro, pois, possuem a capacidade de seletividade e sensibilidade que formam quelatos estáveis usados para a determinação espectrofotométrica, são muito importantes para a determinação de metais, em que por exemplo, um dos compostos conhecidos desta classe é a ,10- fenantrolina como mostra a figura 1 (ROCHA *et al.*, 2004).

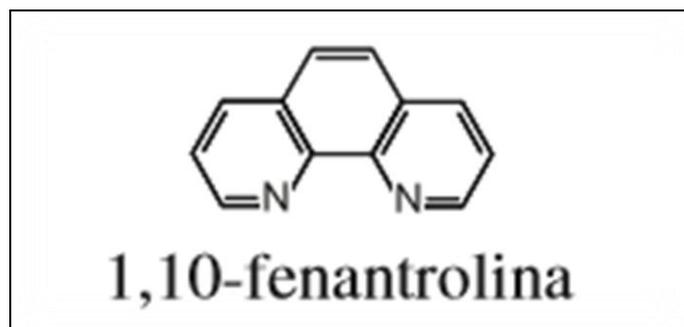


Figura 1-Estrutura molecular da fenantrolina
Fonte: ROCHA *et al.*, 2004.

Desta forma, o estudo tem como objetivo determinar ferro em farinhas enriquecidas, com intuito de verificar se as quantidades especificadas na embalagem estão de acordo com as normas estabelecidas, utilizando o método qualitativo ‘*Spot test*’, quantitativo pelo método (AOAC, 1997) e determinação do teor de umidade (AOAC, 1997).

2. METODOLOGIA

2.1 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE UMIDADE (AOAC, 1997)

Realizou-se a determinação de umidade utilizando-se o método por secagem pela estufa, a temperatura utilizada foi de aproximadamente 100 °C - 130 °C por 15 horas com as amostras já pesadas anteriormente. Após a secagem foram transferidos para o dessecador para o resfriamento, realizando-se logo após a pesagem para a determinação da massa e calculou-se em porcentagens a umidade nas farinhas, as análises foram feitas em triplicatas (BOEN *et al.*, 2007).

2.2 DETERMINAÇÃO QUALITATIVA DE FERRO PELO TESTE DE MANCHA (“SPOT TEST”)

As amostras foram colocadas em uma placa de petri com o diâmetro de aproximadamente entre 5-7 cm, cobrindo-a toda a superfície com o auxílio de uma espátula, pressionou-se as amostras para que não houvesse desprendimento de partículas e formação de uma camada lisa nivelando-as amostras com a borda da placa. Umeceu-se toda amostra com uma pipeta contendo a solução de Tioocianato de Potássio e ácido clorídrico (KSCN – HCl 2 mol L⁻¹), cuidou-se para não ocorrer a formação de orifícios na superfície. Aguardou-se 2 minutos, e repetiu-se o processo de umidificação com a solução de peróxido de hidrogênio

3%. Aguardou-se 10 minutos para a análise das manchas vermelhas (AMERICAN INGREDIENTS COMPANY, 1999).

2.3 DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE FERRO (II) PELO MÉTODO AOAC 944.02

Foram separadas 5 g de cada amostra previamente carbonizadas para que em seguida levadas à mufla para a incineração por aproximadamente sete horas a uma temperatura entre 200 °C e 500°C, para a incineração da matéria orgânica e de cinzas ou resíduos de material inorgânico (KRAMER *et al.*, 2011).

Construiu-se as sete curvas padrões com adição da solução de alúmen ferroso $[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 (\text{NH}_4)_2] \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ com quantidades diferentes, a adição de 2 mL de solução de Cloridrato de Hidroxilamina 5 % (m/v), 2 mL de solução de Acetato de Sódio 2 mol. L⁻¹, 4 mL de solução de 1,10-fenantrolina a 0, 25 % (m/v). As amostras foram preparadas com adição de 3 mL de HCl concentrado, transferiu-se quantitativamente para um balão de 50 mL adicionando-se 2 mL de solução de Cloridrato de Hidroxilamina 5 % (m/v), 2 mL de solução de Acetato de Sódio 2 mol L⁻¹, 4 mL de solução de 1,10-fenantrolina a 0, 25 % (m/v). Em seguida realizou-se a leitura no UV-Vis no comprimento de onda de 505 nm (COLTRO *et al.*, 2012).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 TEOR DE UMIDADE

Na tabela 2 abaixo, podem ser observados os resultados obtidos pela determinação de umidade:

Tabela 2 - Umidade das amostras

Amostra	% de umidade	Média da massa de água	Desvio Padrão
A	15,88	0,4771	0,1815
B	11,82	0,3549	0,0052
C	11,85	0,3562	0,0078

Fonte: Autores (2016)

Ao relatar a umidade de farinha de trigo, foi possível determinar a média de uma assentada quantidade de água na amostra no seu estado original. Entretanto, não exerce influência na capacidade de absorção de água das receitas elaboradas, pois as farinhas são comercializadas na base úmida e no seu processamento evita a ocorrência de proliferação de fungos e bactérias, auxiliando na conservação do produto. Para a fabricação de pães, massas e biscoitos o esperado que se encontre em torno de 13 %, pois, acima de 14 % pode ocorrer a formação indesejada de grumos. O máximo de umidade para farinhas integrais, comum e especiais, é de 15 % de acordo com a Anvisa Art 1º Portaria 354/96 (ANVISA, 1996) (NITZKE *et al.*, 2016). As amostras analisadas demonstraram-se dentro do padrão determinado pela Anvisa com a umidade entre 11 % e 15%.

3.2 DETERMINAÇÃO DE FERRO PELO MÉTODO ('SPOT TEST')

Na figura 2, umedeceu-se com a solução de KSCN – HCl 2 mol L⁻¹, foi observado o aparecimento que adquiriram uma coloração rosada (figura 3). Em seguida, adicionou-se nas amostras a solução de H₂O₂ 3 %, até que cobrisse toda a superfície. Ao passar 3 minutos começaram a aparecer pequenas manchas vermelhas em toda a superfície da farinha (figura 4):



Figura 2- Amostras antes da adição de H₂O
Fonte: Autores (2016)



Figura 3- Amostras umedecidas com solução KSCN-HCl

Fonte: Autores (2016)

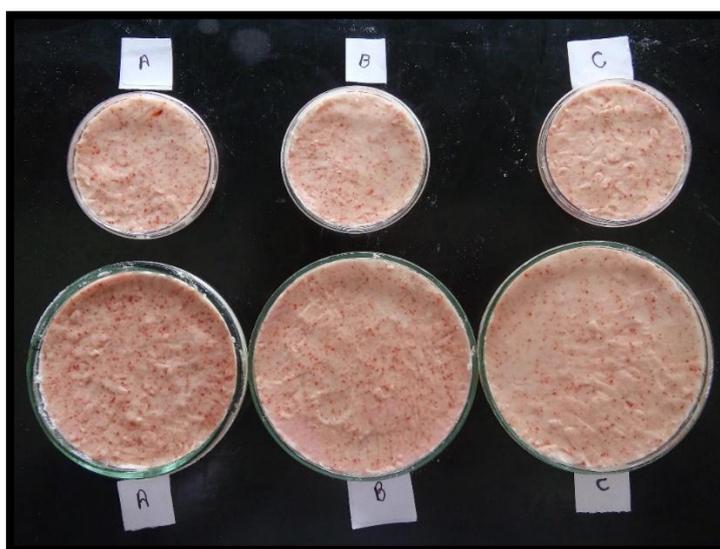


Figura 4- Amostras após a oxidação do Fe (II) com a solução H₂O₂ 3%

Fonte: Autores (2016)

Adiciona-se as amostras a solução de Peróxido de Hidrogênio (H₂O₂ 3%) para uma oxidação mais rápida do ferro, ao acrescentar o íon [SCN]⁻ a uma amostra que contém ferro (III), ocorre a formação de um quelato que se liga ao ferro formando um complexo, denominado como pentaqua (tiocianato-N)(Ferro(III) [Fe(NCS)(H₂O)₅]²⁺ que possui uma coloração vermelho sangue (AMERICAN INGREDIENTS COMPANY, 1999). O método *Spot test* determina qualitativamente a quantidade de ferro pela quantidade de manchas que aparecem, observando farinhas que foram padronizadas com níveis de ferro conhecidos. A

figura a seguir são farinhas de uso comercial, são farinhas-padrão que foram selecionadas, homogeneizadas para a realização do teste para obtenção de uma referência (figura 5):

Figura 5- Farinhas de uso comercial

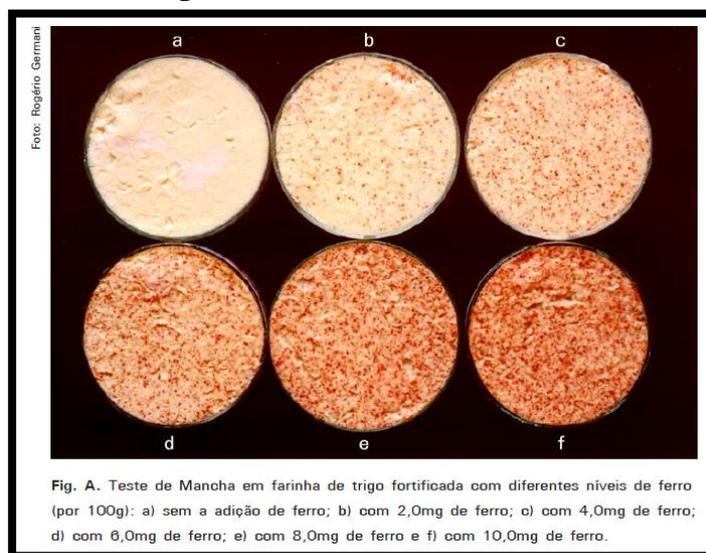


Figura 5- Farinhas de uso comercial

Fonte: AMERICAN INGREDIENTS COMPANY, 1999

Ao comparar as amostras pelo método ‘*spot test*’ a quantidade de ferro adicionado na amostra B e C se aproximam da quantidade de 2,0 mg. Porém a análise visual da amostra A demonstrou-se uma quantidade mais elevada de manchas vermelhas se aproximando da quantidade de 4,0 mg de Fe (II).

3.3 DETERMINAÇÃO DE FERRO PELO MÉTODO AOAC 944. 02

3.3.1 Curva padrão

A utilização da curva padrão em um método analítico, confirma a linearidade através do coeficiente de correlação, e isto indica que a metodologia é válida para análise do trabalho (SKOOG *et al.*, 2005).

Na figura 6 corresponde à relação gráfica entre os valores de absorvância (A) e os de concentração. Com base na análise gráfica é possível verificar a linearidade da reação e calcular um fator de conversão de valores de absorvância em concentração.

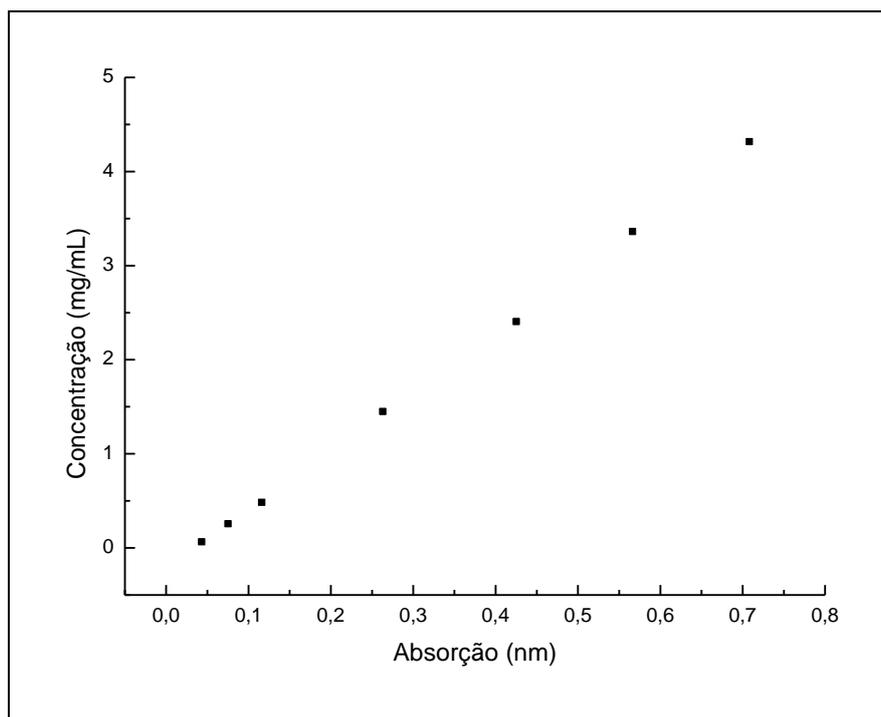


Figura 6- Curva de calibração
Fonte: Autores (2016)

O coeficiente de correlação foi R^2 igual a 0,99977 o seu valor está próximo de 1 o que sinaliza linearidade (SKOOG et al., 2005).

3.3.2 Análise de Ferro nas amostras

O combate na deficiência de ferro e a prevenção são primordiais para a saúde, pois, a carência podem trazer implicações biológicas, econômicas e sociais (UMBELINO *et al.*, 2006). A tabela 2 mostra os valores da concentração de ferro obtidos nas amostras de farinhas analisadas:

Tabela 2- Análise de Fe(II) nas amostras

Marca/ Amostra	ABS da amostra de Fe (II)	Quantidade obtida (mg)	Média da concentração (mg/mL)	Desvio Padrão (mg/mL)	Valor descrito na rotulagem nutricional (mg)
A1	0,323	1,154837364	2,033187082	1,234012221	2,1

A2	0,218	0,822595813			
A3	0,845	2,804260599			
A4	1,018	3,351054552			
B1	0,018	0,189038718			
B2	0,164	0,650323484	0,368306459	0,222255287	2,1
B3	0,019	0,19194581			
B4	0,098	0,441917826			
C1	0,56	1,904739691			
C2	0,128	0,537105767	0,751572485	0,778424619	2,1
C3	0,039	0,255159515			
C4	0,056	0,309284968			

Fonte: Autores (2016)

A amostra A demonstrou-se com 97 % de Fe (II), evidenciando um melhor resultado na qual se aproxima da legislação, pois de acordo com a Resolução RDC nº 344, em que se aprova o regulamento técnico para a fortificação de farinhas de trigo com ferro em indústrias são necessários 2,1 mg a cada 50 g de farinha (BRASIL, 2002). Porém, a amostra B pode se observar apenas 18 % de Fe (II), estando extremamente abaixo do valor esperado e a amostra C com 36 %, que também se demonstre abaixo dos parâmetros estabelecidos pela OMS. Os valores obtidos para as concentrações, demonstram entre si concentrações variadas, e isto pode ocorrer pela baixa homogeneização das amostras no preparo para as análises.

A ingestão de ferro em menor quantidade por um determinado tempo, pode levar ao esgotamento das reservas do organismo na qual dificulta a produção de hemácias, tendo como consequência a anemia ferropriva. Desta forma, a anemia pode causar a fadiga, dificultar o crescimento e o desempenho muscular, irritabilidade, fraqueza, e desenvolvimento neurológico. As quantidades recomendadas de ingestão de ferro estão relacionadas nas perdas fisiológicas, e no aumento de ferro corporal, pois é essencial ao crescimento, e esta quantidade varia de acordo com sexo e o estágio da vida (CARVALHO *et al.*, 2006).

No Brasil, a anemia alcança cerca de 50 % das crianças em idade pré-escolar, 20% de adolescentes e 15 % a 30 % de gestantes. Contudo, considera-se a anemia ferropriva com severas consequências para a população, cujo, descumprimento do valor mínimo estabelecido do regulamento constitui na infração sanitária o qual sujeita os infratores as penalidades da lei nº 6.437, 20 de agosto de 1977 (ANVISA, 2000).

4 CONCLUSÃO

Constatou-se que está sendo realizado o enriquecimento das farinhas, entretanto os valores encontrados para as amostras B e C apresentam valores abaixo do esperado e determinado pela Legislação Brasileira. Os resultados sugerem a necessidade de ações sociais que esclareçam de forma educativa os campos da sociedade para obterem maiores informações sobre a importância da fortificação das farinhas de trigo com ferro que serão utilizadas na produção de vários alimentos com grande circulação e presente no dia-a-dia nas mesas das pessoas. Além disso, foi possível verificar a dificuldade para o cumprimento da legislação, em farinhas fortificados com ferro, para evitar o aparecimento de novas doenças.

REFERÊNCIAS

ABITRIGO. **Associação Brasileira de Trigo**, São Paulo, jan. 2013. Disponível em: <<http://www.abitrigo.com.br/trigo-na-historia.php>>. Acesso em: 2 out. 2016.

ANVISA, **Portaria n ° 354, de 18 de julho de 1996**. Art 1º Aprovação a Norma Técnica referente a Farinha de Trigo. jul. 1996.

ANVISVA, **RDC nº 15, de 21 de fevereiro de 2000**. Dispõe sobre a fortificação de ferro em farinhas de trigo e milho. Fev. 2000.

ADITIVOS & INGREDIENTES. **Farinhas de trigo, de outros cereais e de outras origens**. Disponível em: <http://www.insumos.com.br/aditivos_e_ingredientes/materias/98.pdf>. Acesso em: 02 set. 2016.

AMERICAN INGREDIENTS COMPANY, **Spot test for iron in milled cereal flours**, Kansas City: AIC, 1999.

BOEN, T. R.; SOEIRO, B. T.; FILHO, E. R. P.; LIMA-PALLONE, J. A. Avaliação do teor de ferro e zinco e composição centesimal de farinhas de trigo e milho enriquecidas. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 43, n. 4, out./dez. 2007.

BRASIL. **Resolução RDC N° 344, de 13 de dezembro de 2002. Aprova o regulamento técnico para a fortificação de farinhas de trigo e das farinhas de milho com ferro e ácido fólico**. Diário Oficial da União; Poder Executivo de 18 dez 2002.

CARVALHO, M. C.; BARACAT, E. C. E.; SGARBIERI, V. C.; Anemia ferropriva e Anemia da doença crônica: distúrbios do metabolismo de ferro. **Revista de Segurança Alimentar e Nutricional**, Campinas, v. 13, n. 2, p. 54-63, 2006.

COLTRO, W.; GABRIEL, E. F. M.; DUARTE Jr., G. F.; OLIVEIRA, K. A.; GARCIA, P. T. **Roteiros experimentais – Parte I**, 2012.

COSTA, M. G.; SOUZA, E.L.; STAMFORD, T. L. M.; ANDRADE, S. A. Qualidade tecnológica de grãos e farinhas de trigo nacionais e importados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, jan./mar. 2008.

EMBRAPA. **Manual de fortificação de farinha de trigo com ferro**. Rio de Janeiro: Embrapa Agroindústria de Alimentos, v. 46, 2001.

FISBERG, M.; BRAGA, J. N. N.; MARTINS, F. O. **Funções plenamente reconhecidas de nutrientes ferro**. Força Tarefa Alimentos Fortificados e Suplementos, Comitê de Nutrição, ILSI Brasil, dezembro 2008.

KRAMER, G.R; FALCÃO, H.A.S **Análise da fortificação de ferro em farinhas**. v.4, n.1 p.25-28, Taguatinga-DF. 2011.

NITZKE, J. A.; THYS, P. C. S. **Avaliação da qualidade tecnológica/ Industrial da farinha de trigo**. Instituto de Ciência Tecnológica de Alimentos- ICTA, Disponível em: <<http://www.ufrgs.br/napead/repositorio/objetos/avaliacao-farinha-trigo/1a.php>>. Acesso em: 25 out. 2016.

REVISTA FOOD INGREDIENTS BRASIL - 4. São Paulo: UBM, 2008. p. 51-52.

ROCHA, F. R. P.; TEIXEIRA, L. S. G. Estratégias para aumento de sensibilidade em espectrofotometria UV-VIS. **Química Nova**, v. 27, n. 5, p. 807-812, 2004.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F.; WEST; CROUCH. **Fundamentos de Química Analítica**. São Paulo: Thomson, 2005.

UMBELINO, D. C.; ROSSI, E. A. Deficiência de Ferro: consequências biológicas e propostas de prevenção. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 27, n. 2, p. 103-112, 2006.

ZARBIELLI, M. G.; SANDRA, M. D.; MENDEZ, A. S. L. Controle de qualidade de capsúlas de piroxicam manipuladas em farmácias do município de Erechim – RS, **Revista Brasileira de Farmácia**, v. 19, n. 1/2 , 2007.