

# ESTUDO DE SUPLEMENTOS NUTRICIONAIS PELO MÉTODO DE ATIVAÇÃO NEUTRÔNICA

Rogério Alves de Sousa Reis <sup>1</sup> e Mítiko Saiki <sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Análise por Ativação Neutrônica (IPEN / CNEN – SP)  
Av. Professor Lineu Prestes, 2242  
05508-000, São Paulo, SP, Brasil  
Rogerdeembu@bol.com.br

## RESUMO

O crescente consumo de suplementos nutricionais entre populações de diferentes classes, visando principalmente a reposição de nutrientes e minerais no organismo tem conduzido a comercialização de uma grande diversidade de marcas destes produtos, e esse fato tem tornado de grande interesse o controle da sua qualidade com relação a sua composição. O controle destes produtos é de grande importância para verificar se as concentrações dos elementos neles presentes, estão de acordo com a composição descrita nas suas bulas bem como verificar eventual presença de elementos tóxicos. Neste estudo são apresentados resultados das análises de suplementos multiminerais e vitamínicos, nos quais foram determinados os elementos Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Na, Se e Zn pelo método de análise por ativação com nêutrons (NAA). Os resultados obtidos nestas análises foram comparados com os valores apresentados nos seus respectivos rótulos ou bulas. Para o controle da qualidade dos resultados analíticos com relação à exatidão e precisão foram analisados os materiais de certificados de referência NIST 1400 Bone Ash e NIST 1633b Coal Fly Ash ambos da National Institute of Standards and Technology (NIST). Os valores de Z score obtidos foram,  $|Z| < 2$  indicando que os resultados obtidos são satisfatórios e estão dentro da faixa dos dados dos certificados a um nível de 95%.

## 1. INTRODUÇÃO

Com o crescente número de marcas de medicamentos e suplementos nutricionais no mercado, o controle de qualidade destes produtos tem sido um assunto de grande preocupação às entidades governamentais responsáveis pela saúde das populações.

Diversos tipos de vitaminas e suplementos nutricionais são produzidos anualmente e o seu consumo está se tornando cada vez mais comum, embora de acordo com a opinião de nutricionistas, os indivíduos saudáveis que tenham uma dieta adequada não necessitam de nutrientes adicionais na forma de suplementos [1]. Segundo um levantamento realizado em 1998 nos Estados Unidos, o uso de suplementos nutricionais atinge mais de 50% da população deste país [2].

Segundo MAUGHAN et al. [3] entre atletas, de diferentes categorias esportivas, o uso de suplemento alimentar é ainda maior. A necessidade de melhoria de rendimento nas competições tem levado muitos esportistas a consumirem suplementos nutricionais de modo inadequado. Além disso, em competições oficiais, os atletas podem também ter o risco de doping uma vez que, os componentes presentes nestes suplementos são na maioria das vezes desconhecidos.

A reposição e complementação de nutrientes essenciais para manter um organismo saudável têm conduzido populações a adotar o uso de suplementos nutricionais como um hábito

comum, e isto tem proporcionado prosperidade às indústrias com a comercialização destes produtos e o crescimento de investimentos nesta área [4].

O objetivo do presente trabalho é o desenvolvimento do método de ativação neutrônica (NAA) à análise de nutrientes utilizados na complementação da dieta, e na terapia preventiva, visando posterior aplicação desta técnica no controle da qualidade destes produtos nas indústrias.

O aperfeiçoamento do método de ativação com nêutrons na análise de suplementos nutricionais será de grande valia devido as vantagens que esta técnica apresenta com relação a precisão, exatidão, sensibilidade e além de possibilitar uma análise puramente instrumental para vários elementos.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1 Amostras de suplementos nutricionais analisadas

As amostras de suplementos nutricionais analisadas neste trabalho, foram adquiridas em lojas de produtos naturais e em farmácias. Os suplementos analisados se encontravam em formas de cápsulas ou em forma comprimidos, na Tabela 1 estão apresentados os suplementos analisados, juntamente com os dados da data de fabricação e lote.

**Tabela 1. Amostras de suplementos nutricionais analisados.**

Suplementos	Data de fabricação	Número do lote	Massa na base úmida (g) <sup>(a)</sup>	Perda de peso % <sup>(b)</sup>
Cal Assimilate	02/2001	10012802	0,91 ± 0,02	7,85
Mega Multi	12/2001	274319	1,04 ± 0,05	2,9
One Source	Não disponível	Não disponível	1,71 ± 0,03	3,3
Natural Selenium	14/06/2003	33472	0,619 ± 0,01	2,5
Zinc Hidroxy	02/2002	042108	0,44 ± 0,01	6,3
Zinco Lozenges	07/2001	2837-L9	1,49 ± 0,08	1,9

a- Massa média de cada comprimido ou cápsula.

b- % de perda de peso na secagem.

Inicialmente obteve-se a massa média dos comprimidos ou conteúdos das cápsulas dos suplementos nutricionais. As massas médias das amostras nutrientes variaram de 0,44 g a 1,71 g. Para irradiação, alíquotas entre 100 e 150 mg de cada material foram pesados em invólucros de polietileno identificados e selados. Para a irradiação estes invólucros contendo

as amostras foram envoltos por folhas de alumínio e colocados em um dispositivo de alumínio o qual foi lacrado, seguindo após esta irradiação no reator.

A determinação da umidade dos suplementos foi feita logo após a abertura do seu frasco para se obter a concentração do elemento na base seca do material bem como se dispor a massa de cada comprimido ou conteúdo das cápsulas na base seca. Esta determinação na base seca evitou a análise de amostras com diferentes umidades, o que pode ocorrer com o tempo, embora guardadas em dessecador.

Para determinar a percentagem de umidade nas amostras, massas entre 200 e 250 mg de cada amostra foram pesadas em pesafiltros, e submetidas à secagem em uma estufa a 85°C por um período total de 24 horas. Foram efetuadas novas pesagens das amostras em diferentes tempos de secagem, com intervalos de 3 horas, até se obter massa constante.

## **2.2 Materiais certificados de referência**

Para análise da exatidão e precisão dos resultados foram analisados os materiais de referência NIST 1400 Bone Ash [5] e o NIST 1633b Coal Fly Ash [6], ambos procedentes do National Institute of Standards and Technology utilizando as mesmas condições experimentais de análises dos suplementos.

Para expressar os resultados das análises destes materiais na base seca foram determinadas as porcentagens de perda de peso na secagem conforme procedimento descrito nos seus certificados. As porcentagens de perda de peso de 0,53 % e de 0,08 % foram obtidas para os materiais Bone Ash e Coal Fly Ash, respectivamente.

## **2.3 Preparação dos padrões sintéticos dos elementos**

A determinação quantitativa dos elementos é feita por análise comparativa, havendo a necessidade de padrões de elementos de massas conhecidas a serem analisadas junto com as amostras.

Estes padrões sintéticos foram preparados pipetando-se alíquotas de 50 µL das soluções padrão simples ou multielementar, sobre tiras de papel de filtro Whatman nº 41 de dimensões 1,5 cm x 3,5 cm. Na preparação destas soluções foram utilizadas soluções padrão certificadas da Spex Certiprep, USA. As tiras de papel de filtro foram submetidas a secagem em dessecador em temperatura ambiente.

## **2.4 Procedimento experimental para ativação com nêutrons**

Para a determinação dos elementos Ca, Co, Cr, Fe, Se e Zn as amostras de suplementos nutricionais junto com os padrões sintéticos dos elementos foram irradiados no reator IEA-R1 sob um fluxo de nêutrons térmicos de  $5 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  por um período de 8 horas. Para a determinação dos elementos Cu, K e Na, fluxo de  $1 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  por um período de 1 hora. As medidas das atividades gama induzida das amostras e padrões, foram feitas usando detector de Ge hiperpuro GMX2019 ligado a uma placa ACE8K da EG & G Ortec, um micro computador e sistema eletrônico associado.

Os espectros gama obtidos das amostras e padrões foram gravados em um disquete e processados usando o programa VISPECT 2, que nos fornece as energias dos picos dos elementos presentes e as suas respectivas taxas de contagens. As identificações dos radioisótopos foram feitas pelas energias dos raios gama e pelas meias vidas. As concentrações dos elementos foram calculadas pelo método comparativo. Uma vez conhecida a concentração e tendo a massa total do material em cada cápsula ou comprimido calculou-se a massa do elemento em cada cápsula ou comprimido.

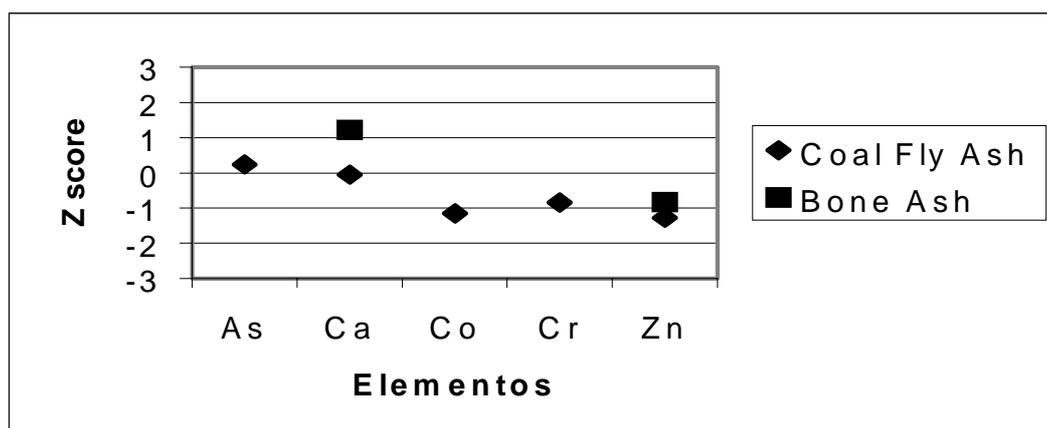
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para verificar da precisão e a exatidão dos resultados foram determinados os valores de desvios padrão relativos, erros relativos e Z score ou diferença padronizada para os elementos determinados nos materiais de referência analisados. O Z score foi calculado usando a relação (1) [7].

$$Z = (C_i - C_{ref.i}) / (\sigma_i^2 + \sigma_{ref.i}^2)^{1/2} \quad (1)$$

Onde  $C_i$  = concentração do elemento determinado;  $C_{ref.i}$  = valor certificado do elemento;  $\sigma_i$  = desvio padrão obtido e  $\sigma_{ref.i}$  = desvio padrão do valor certificado.

Para material certificado Bone Ash os valores de desvios padrão relativos dos resultados variaram de 0,9 a 1,3 % e os erros percentuais foram inferiores a 1,5 %. No caso do material certificado Coal Fly Ash os desvios padrão relativos, variaram de 1,5 e 9,9 % e os erros relativos foram inferiores a 6,7 %. Os valores de Z score obtidos são apresentados na Figura 1.



**Figura 1. Valores de Z score, obtidos para As, Ca, Co, Cr, Zn nos materiais Bone Ash e Coal Fly Ash.**

Os valores de Z score obtidos foram menores que + 2 e maiores que - 2 conforme apresentados na Fig. 1. Os valores de Z score  $|Z| < 2$  indicam que os resultados obtidos estão dentro da faixa de concentrações dos valores certificados a um nível de confiança de 95 %.

Nas Tabelas 2 e 3 são apresentados os resultados analíticos das massas dos elementos por comprimido ou conteúdo de cada cápsula, das amostras de suplementos, juntamente com os valores apresentados nos seus rótulos.

**Tabela 2. Massas dos elementos, em mg, por cápsula ou comprimido dos suplementos Cal Assimilate, Mega Multi e One Source, e os valores dos rótulos.**

Elementos	Cal Assimilate		Mega Multi		One Source	
	Este trabalho	Rótulo	Este trabalho	Rótulo	Este trabalho	Rótulo
Ca	125 ± 9	125	126 ± 40	125	163 ± 8	165
Co	0,0165 ± 0,0007	-(a)	0,0018 ± 0,0001	-	0,037 ± 0,002	-
Cr	0,0038 ± 0,0004	-	0,16 ± 0,03	-	0,146 ± 0,002	-
Cu	-	0,25	2,03 ± 0,24	2	3,3 ± 0,1	3,5
Fe	0,153 ± 0,005	-	-	-	15,0 ± 0,5	-
K	0,278 ± 0,004	-	35 ± 4	-	7,7 ± 0,6	-
Na	10,57 ± 0,05	-	1,02 ± 0,02	-	0,27 ± 0,02	-
Zn	2,17 ± 0,25	2	15,5 ± 1,1	15	14,7 ± 1,5	15

(a) - valores não apresentados nos rótulos dos suplementos ou não determinado neste trabalho.

**Tabela 3. Massa dos elementos por cápsula ou comprimido dos suplementos Natural Selenium, Zinc Hidroxy e Zinc Lozenges, e os valores dos rótulos.**

Elementos	Natural Selenium		Zinc Hidroxy		Zinc Lozenges	
	Este trabalho	Rótulo	Este trabalho	Rótulo	Este trabalho	Rótulo
Ca mg	10,6 ± 1,4	-	2,5 ± 0,2	-	-	-
Se µg	53,4 ± 3,6	50	-	-	-	-
Zn µg	15,1 ± 0,6	-	49,9 ± 0,4	50	21,7 ± 0,7	23

Analisando a Tabela 2, pode se perceber a proximidade dos resultados obtidos neste trabalho, com os valores dos rótulos dos respectivos suplementos. Na amostra Cal Assimilate não foi detectado o elemento Cu devido a alta atividade do <sup>24</sup>Na, que mascarou a atividade menos intensa do <sup>64</sup>Cu de meia vida 12,7 h.

Os resultados obtidos para Se e Zn apresentados na Tabela 3 indicam também a boa concordância entre os valores obtidos e os dados dos rótulos.

#### 4. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nos materiais certificados de referência indicaram a viabilidade do uso do procedimento da análise por ativação com nêutrons na determinação da composição de elementos nos suplementos nutricionais. Os dados obtidos nestes materiais mostraram uma boa precisão e exatidão. A comparação entre os resultados obtidos para as amostras de suplementos com os valores apresentados nos seus rótulos, indicou uma boa concordância e nas condições experimentais de análise utilizadas neste trabalho não foram detectados os elementos tóxicos como As, Hg e Sb.

#### AGRADECIMENTOS

A FAPESP e ao CNPQ, pelo apoio financeiro.

#### REFERÊNCIAS

1. B. PIETRUSZKA, A. BRZOZOWSKA, “Vitamin and mineral supplement use among adults in Central and Eastern Poland”. *Nutritional Research*, **19**, n. 6, pp. 817-926 (1999).
2. M.C. NESHEIM, “Dietary supplements”, *Nutrition*, **14**, n. 9, pp. 729-730 (1998).
3. R.J. MAUGHAN, D. S. KING, T. LEA, “Dietary supplements”, *Journal of Sports Sciences*, **22**, n.1, pp. 95-113 (2004).
4. M. M. MEGUID, A. SHENKIN, “Nutritional supplements and the quest to improve human performance”, *Nutrition*, **19**, n. 11, pp. 955-956 (2003).
5. NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY, *Certificate of Analysis Standard Reference Material-1400 Bone Ash*, NIST (1992).
6. NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY, *Certificate of Analysis Standard Reference Material-1633 Coal Fly Ash*, NIST (1993).
7. P. BODE, *Instrumental and Organizational Aspects of a neutron Activation Analysis laboratory*. Delft University of Technology, pp. 148 (1996).