



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA
DETERMINAÇÃO DE NUTRIENTES E CONTAMINANTES EM
PESCADOS DO BAIXO RIO SÃO FRANCISCO UTILIZANDO
TÉCNICAS DE PLASMA**

Lorena Lima da Silva *

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE EM QUÍMICA, área de concentração: QUÍMICA ANALÍTICA.

Orientadora: Dra. Ana Rita de Araujo Nogueira

* **Bolsista:** CNPq (Processo 130581/2023-2) e CAPES (Processo 88887.928335/2023-00)

SÃO CARLOS
2025



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Química

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Lorena Lima da Silva, realizada em 28/03/2025.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Ana Rita de Araujo Nogueira (EMBRAPA)

Prof. Dr. José Anchieta Gomes Neto (UNESP)

Prof. Dr. Edenir Rodrigues Pereira Filho (UFSCar)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Química.

AGRADECIMENTOS

Á Deus, pela vida, saúde e conforto nos momentos mais difíceis.

Á minha família, especialmente minha querida avó Joana, pelo amor, apoio, cuidado e incentivo durante toda a vida.

Ao meu grande amigo e namorado Matheus, por todo o amor, cuidado, e auxílio prestado desde que nos conhecemos.

Á minha orientadora Dr. Ana Rita de Araújo Nogueira, que eu muito admiro, pela confiança, dedicação e pelos valiosos ensinamentos.

Á minha amiga querida Samara Santos, que sempre me apoiou e me escutou pacientemente nos momentos difíceis.

Aos meus amigos Paulo, Gabriele, Jairo, Pâmela, Naná, Simone e Bruni pelos bons momentos compartilhados.

Aos colegas e amigos do GAIA e LQA, pela amizade, parcerias valiosas, experiências trocadas e ajuda, em especial Jeysse, Samara Banhos, Marcelo, Amauri, Thaís, Raquel, Pascoal, Myka, Ívero, Floriatan e Cadu.

Á Embrapa Pecuária Sudeste pela estrutura para realização desse trabalho e a todos os seus colaboradores.

Á equipe do projeto BRF, coordenada pelo Dr. Marcus Cruz e financiado pelo CNPq em especial o Dr. Carlos Alberto da Silva, pela coleta e pré preparo das amostras.

Á Universidade Federal de São Carlos e ao Programa de Pós Graduação em Química da UFSCar.

Ao CNPq e a CAPES pelo financiamento do projeto no qual esta pesquisa está inserida e pela bolsa.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1: Bacia hidrográfica do Rio São Francisco.....	5
FIGURA 2.2: Representação das reações de regeneração do HNO ₃ na presença de O ₂ ocorrendo em um recipiente fechado.....	9
FIGURA 2.3: Esquema de representação do MIP OES.....	10
FIGURA 2.4: Esquema de configuração típico de um instrumento ICP-MS	13
FIGURA 2.5: Esquema representativo do Self-Organizing Maps (SOM).....	16
FIGURA 4.1 Fluxograma das etapas da realizadas.....	26
FIGURA 5.1: SOM gerada a partir das concentrações obtidas	41

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1: Levantamento bibliográfico de trabalhos que empregaram digestão ácida e posterior determinação elementar por MIP OES.....	12
TABELA 2.2: Levantamento bibliográfico de trabalhos que utilizam digestão ácida e determinação de elementos inorgânicos por ICP-MS.....	13
TABELA 2.3: Levantamento bibliográfico de trabalhos que utilizaram variadas diluições ácidas no preparo de amostras empregando digestão posterior determinação de elementos inorgânicos por técnicas espectrométricas de plasma.....	15
TABELA 4.1: Programa de aquecimento empregado na digestão ácida assistida por micro-ondas.....	19
TABELA 4.2: Parâmetros instrumentais e condições operacionais para a determinação dos analitos por MIP OES.....	20
TABELA 4.3: Parâmetros instrumentais e condições operacionais para a determinação dos analitos por ICP-MS	21
TABELA 4.4: Espécies coletadas no período do inverno.....	22
TABELA 4.5 Espécies coletadas no período do verão.....	23
TABELA 5.1: Valores referentes a equação da reta, R^2 , coeficiente de correlação (r) e a faixa dinâmica utilizada para a elaboração das curvas analíticas.....	27
TABELA 5.2: Valores referentes ao teste estatístico empregado para identificação de heterocedasticidade.....	29
TABELA 5.3: Valores referentes a ANOVA da análise de regressão linear.....	30
TABELA 5.4: Limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ) para as determinações elementares realizadas por MIP OES (Ca, Mg, P e K) e ICP-MS (V, Cr, Fe, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Sr, Mo, Cd, Hg e Pb).....	31
TABELA 5.5: Valores de referência, valores obtidos para a fração massa (na base seca) e recuperação atribuídos aos macros e micronutrientes determinados nos materiais de referência avaliados (n = 3).....	33
TABELA 5.6. Recuperações obtidas para quatro níveis de concentração (mg L^{-1}) para os elementos determinados por MIP OES nos estudos de adição e recuperação.....	34

TABELA 5.7. Recuperações obtidas para quatro níveis de concentração (mg L^{-1}) para os elementos determinados por ICP-MS nos estudos de adição e recuperação	34
TABELA 5.8: Critério de aceitação para recuperação.....	35
TABELA 5.9. TABELA 5.9. Coeficiente de variação (CV) para métodos quantitativos referentes a um intervalo de frações de massa do elemento.....	35
TABELA 5.10. Repetibilidade obtida para quatro níveis de concentração (mg L^{-1}) para os elementos determinados por MIP OES.....	36
TABELA 5.11. Repetibilidade obtida para três níveis de concentração ($\mu\text{g L}^{-1}$) para os elementos determinados por ICP-MS.....	36
TABELA 5.12. Critério de aceitação para repetibilidade.....	38
TABELA 5.13: Avaliação da seletividade do método para os elementos determinados por MIP OES	39
TABELA 5.14: Avaliação da seletividade do método para os elementos determinados por ICP-MS.....	39
TABELA 5.15: Valores referentes ao Limites Máximos de Tolerância (LMT) em mg kg^{-1}	43
TABELA 5.16: Recomendação de consumo diária.....	44
TABELA 5.17: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do verão expressos na base úmida.....	56
TABELA 5.18: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base úmida.....	60
TABELA 5.19: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do verão expressos na base seca.....	63
TABELA 5.20: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca.....	66

LISTA DE ABREVIATURAS

BSF – Baixo São Francisco

MIP OES – Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas

ICP-MS – Espectrometria de Massas com Plasma Indutivamente Acoplado

SOM – Self-Organizing Maps

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária

VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia

IMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

LMT – Limites Máximos Tolerados

LOD – Limite de Detecção

LOQ – Limite de Quantificação

CRM – Certified Reference Material

FAO – Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura

RESUMO

DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DE NUTRIENTES E CONTAMINANTES EM PESCADOS DO BAIXO RIO SÃO FRANCISCO UTILIZANDO TÉCNICAS DE PLASMA. A região do Baixo São Francisco (BSF), que compreende áreas de Alagoas, Sergipe, Bahia e Pernambuco, desempenha um papel essencial no desenvolvimento sócio econômico e na preservação da cultura local. No entanto, os impactos oriundos de atividades antrópicas podem ocasionar a bioacumulação de substâncias nocivas, tais como elementos potencialmente tóxicos, nos organismos aquáticos e a biomagnificação ao longo da cadeia trófica. O monitoramento contínuo dos parâmetros hídricos da ictiofauna e da flora é imprescindível para avaliar os impactos ambientais, identificar bioindicadores confiáveis, garantir a segurança alimentar e subsidiar políticas de manejo sustentável. Neste trabalho foi realizado o desenvolvimento e a validação de metodologia analítica adequada para determinação de nutrientes e contaminantes inorgânicos em pescados coletados no BSF por espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) e espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). As condições ideais de digestão e determinação foram estabelecidas, que incluíram a determinação dos limites de detecção (LOD), quantificação (LOQ), linearidade, precisão e exatidão, usando materiais de referência certificados e ensaios de adição e recuperação. Ferro, Zn, Cr, Cu, V, Ni, Co, Mo, Mn, Se, Sr, As, Cd, Hg e Pb foram determinados por ICP-MS e Ca, K, Mg e P por MIP OES em 136 amostras coletadas em duas estações, no período de 12 meses. Os teores de Pb, Ni, Mo, Cd, Cr, Co e V, ficaram < LOD em todas as amostras avaliadas. Para o verão, os teores determinados indicaram as seguintes variações: Ca (0,1–2,8 g kg⁻¹), K (1–8 g kg⁻¹), Mg (0,1–0,6 g kg⁻¹), P (0,6–5 g kg⁻¹), Fe (0,7–15 mg kg⁻¹), Zn (0,9–12 mg kg⁻¹), Se (0,1–0,6 mg kg⁻¹), Sr (0,1–5 mg kg⁻¹), Cu (0,1–9,2 mg kg⁻¹), Mn (0,1–2 mg kg⁻¹) e As (0,1–5 mg kg⁻¹). Para o inverno Ca (0,1–2 g kg⁻¹), K (1–7 g kg⁻¹), Mg (0,2–0,4 g kg⁻¹), P (0,5–5 g kg⁻¹), Fe (0,3–10 mg kg⁻¹), Zn (0,4–20 mg kg⁻¹), Se (0,1–0,6 mg kg⁻¹), Sr (0,1–6 mg kg⁻¹), Mn (0,1–3 mg kg⁻¹), As (0,1–4 mg kg⁻¹) e Cu (0,1–0,3 mg kg⁻¹). Pela primeira vez foi obtido o perfil mineral dos pescados do BSF, que indicaram níveis de nutrientes satisfatórios, de acordo as recomendações de consumo diárias e de contaminantes inferiores aos limites estabelecidos pela legislação.

ABSTRACT

DEVELOPMENT AND VALIDATION OF AN ANALYTICAL METHOD FOR DETERMINING NUTRIENTS AND CONTAMINANTS IN FISH FROM THE LOWER SÃO FRANCISCO RIVER USING PLASMA TECHNIQUES. The Lower São Francisco (BSF) region, which includes areas of Alagoas, Sergipe, Bahia, and Pernambuco, plays an essential role in socioeconomic development and the preservation of local culture. However, the impacts arising from human activities can cause the bioaccumulation of harmful substances, such as potentially toxic elements, in aquatic organisms and biomagnification along the food chain. Monitoring water parameters of ichthyofauna and flora is essential to assess environmental impacts, identify reliable bioindicators, ensure food security, and support sustainable management policies. This study developed and validated an analytical methodology suitable for the determination of nutrients and inorganic contaminants in fish collected in the BSF by microwave-induced plasma optical emission spectrometry (MIP OES) and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). The optimal digestion and determination conditions were established, which included the determination of the limits of detection (LOD), quantification (LOQ), linearity, precision, and accuracy, using certified reference materials and addition and recovery assays. Iron, Zn, Cr, Cu, V, Ni, Co, Mo, Mn, Se, Sr, As, Cd, Hg, and P were determined by ICP-MS and Ca, K, Mg and P by MIP OES in 136 samples collected in two stations, over 12 months. The Pb, Ni, Mo, Cd, Cr, Co, and V levels were < LOD in all samples evaluated. For the summer, the determined contents indicated the following variations: Ca (0.1–2.8 g kg⁻¹), K (1–8 g kg⁻¹), Mg (0.1–0.6 g kg⁻¹), P (0.6–5 g kg⁻¹), Fe (0.7–15 mg kg⁻¹), Zn (0.9–12 mg kg⁻¹), Se (0.1–0.6 mg kg⁻¹), Sr (0.1–5 mg kg⁻¹), Cu (0.1–9.2 mg kg⁻¹), Mn (0.1–2 mg kg⁻¹) and As (0.1–5 mg kg⁻¹). For winter, Ca (0.1–2 g kg⁻¹), K (1–7 g kg⁻¹), Mg (0.2–0.4 g kg⁻¹), P (0.5–5 g kg⁻¹), Fe (0.3–10 mg kg⁻¹), Zn (0.4–20 mg kg⁻¹), Se (0.1–0.6 mg kg⁻¹), Sr (0.1–6 mg kg⁻¹), Mn (0.1–3 mg kg⁻¹), As (0.1–4 mg kg⁻¹) and Cu (0.1–0.3 mg kg⁻¹). For the first time, the mineral profile of BSF fish was obtained, indicating satisfactory nutrient levels per the daily consumption recommendations and contaminants below the limits established by legislation.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1	Importância da Aquicultura e da Pesca Artesanal.....	3
2.2	O rio São Francisco e sua Importância.....	4
2.3	Nutrientes Inorgânicos e seu Papel na Qualidade da Água e Nutrição Humana	6
2.4	Impactos Ambientais na Qualidade Nutricional dos Peixes e Riscos à Saúde Humana	7
2.5	Digestão assistida por radiação micro-ondas	8
2.6	Espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES).....	10
2.7	Espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS).13	
2.8	Nutrientes e contaminantes em pescados	15
2.9	Ferramentas estatísticas aplicadas ao tratamento e interpretação de dados 17	
2.9.1	Validação de Métodos	17
2.9.2	Self-Organizing Maps (SOM)	17
3	OBJETIVOS.....	19
3.1	Gerais	19
3.2	Específicos.....	19
4	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	20
4.1	Instrumentação	20
4.2	Reagentes e soluções.....	22
4.3	Amostras.....	23
4.4	Preparo de amostras.....	26
4.4.1	Liofilização e moagem:.....	26
4.4.2	Procedimento de digestão assistida por radiação micro-ondas	27
5	RESULTADOS	28
5.1	Validação da metodologia utilizada na determinação dos analitos	28
5.1.1	Linearidade e faixa dinâmica linear	28
5.1.2	Limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ).....	31
5.1.3	Veracidade	33
5.1.4	Precisão	36
5.1.5	Seletividade.....	39

5.2	Determinação de nutrientes e contaminantes em amostras de peixes do Rio São Francisco	41
6	CONCLUSÃO	46
7	REFERÊNCIAS	47
8	ANEXOS.....	56

1 INTRODUÇÃO

Ao longo do tempo, as comunidades, que posteriormente vieram a ser cidades, buscaram se estabelecer nas proximidades das fontes de água potável. A água, de modo geral indica presença de solos férteis, e condições climáticas favoráveis à criação de animais, o que favorece o desenvolvimento urbano, econômico e social dessas regiões. Além disso, os cursos d'água são elementos fundamentais na construção da identidade cultural e religiosa sendo símbolo que favorece o senso de pertencimento regional (PASCHOAL, 2024; MELLO, 2008).

O rio São Francisco é um dos maiores rios brasileiros e desempenha um papel fundamental no desenvolvimento econômico, cultural e social das cidades em seu entorno. Com uma extensão de mais de 2.600 km, é subdividido em Alto, Médio, Submédio e Baixo São Francisco, atravessando seis estados do país, nascendo em Minas Gerais e desaguando no oceano Atlântico, na divisa entre Alagoas e Sergipe (CBHSF a).

A relação entre o rio e as atividades antrópicas (relacionadas principalmente ao lançamento de efluentes urbanos e industriais, bem como à expansão da agropecuária) tem trazido danos ao seu equilíbrio ecológico, alterando gradativamente as características da água, da flora e da ictiofauna. Além disso, a escassez de chuva, o aumento da temperatura e a diminuição da vegetação na região, especialmente próximo ao leito do rio, intensificam o processo de degradação ambiental (ANA, 2018; SOARES et al., 2022)

A investigação das condições ambientais dos cursos d'água é realizada por meio da avaliação da presença e quantidade de agroquímicos, elementos potencialmente tóxicos, plantas aquáticas invasoras e de estudos que monitoram a frequência de mortes e doenças na ictiofauna, resultantes da intoxicação associada à presença desses contaminantes (BIANCHINI et al., 2019)

A realização de estudos sobre a composição nutricional dos pescados é feita com vistas a embasar a formulação de dietas balanceadas, evidenciando o potencial nutritivo desse alimento, que é parte fundamental da base alimentar das populações ribeirinhas. Além disso, a avaliação da composição desses animais utilizados no biomonitoramento, possibilitando a escolha de bioindicadores da presença de

substâncias tóxicas no ecossistema (KADIM & RISJANI, 2022; REBELLATO et al., 2022).

Diante disso, pode-se afirmar que o monitoramento de parâmetros (como PH, DQO, níveis de nutrientes e contaminantes, entre outros) que avaliam a qualidade da água, dos pescados e das plantas aquáticas é fundamental para garantir a segurança alimentar e fortalecer políticas públicas voltadas à preservação dos recursos naturais.

Este trabalho buscou validar uma metodologia adequada para quantificação de nutrientes e elementos potencialmente contaminantes em pescados do baixo Rio São Francisco (BSF), utilizando técnicas analíticas que envolvem o preparo de amostras por digestão ácida assistida por radiação micro-ondas e posterior determinação por Espectrometria de Emissão óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES) e Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Importância da Aquicultura e da Pesca Artesanal

Em 2015, a Organização das Nações Unidas criou um plano global para o desenvolvimento sustentável, denominado Agenda 2030. Foram estabelecidos 17 objetivos que visam acabar com a pobreza, proteger o planeta e garantir prosperidade. (UNITED NATIONS, 2015). Nesse context, a Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura (FAO) criou o *Blue Transformation*, uma iniciativa que apresenta a inclusão dos pescados como uma alternativa estratégica na promoção da segurança alimentar, por ser uma proteína que, além de possuir um alto valor nutricional, tem uma cadeia produtiva mais sustentável (gera menores quantidades de gases do efeito estufa) e é mais acessível a comunidades vulneráveis (FAO, 2024).

A aquicultura auxilia no suprimento da crescente demanda global por alimentos. O intuito dos órgãos governamentais tem sido beneficiar regiões e comunidades mais necessitadas, possibilitando melhorias socioeconômicas (FAO, 2023). Segundo dados divulgados pela FAO, em 2022 a produção mundial de pesca e aquicultura foi de 185,4 milhões de toneladas de animais aquáticos. Desses, 89% foram destinados ao consumo humano, cerca de 20,7 kg per capita por ano (FAO, 2024). Em 2024 as exportações do setor no Brasil cresceram 138% em relação a 2023, movimentando 59 milhões de dólares (EMBRAPA, 2025).

A pesca artesanal é responsável por cerca de 40% da produção global da aquicultura, gerando empregos, contribuindo com a dieta das comunidades locais e auxiliando na gestão de ecossistemas (FAO, 2024). Esse modelo de manejo não possui grandes investimentos econômicos e não dispõe de tecnologias sofisticadas, mas é dinâmico, inclusivo e democrático, gerando emprego para 60,2 milhões de pessoas, garantindo sua subsistência e a preservação da identidade cultural (SILVA, 2014).

No Brasil, o Ministério da Pesca e Agricultura (MPA), por meio de políticas públicas, tem investido na implementação de estratégias que fortaleçam os

trabalhadores de forma que essas comunidades recebam o suporte técnico adequado e possam progredir socioeconomicamente (MPA, 2024).

Em 2023, o decreto Nº 11626, de 2 de Agosto de 2023 instituiu o Programa Povos da Pesca Artesanal, cuja finalidade é implementar tais políticas públicas e estabelecer uma agenda de ações prioritárias em favor dessas comunidades, como capacitação, ações de combate a discriminação, ações que incentivam jovens e mulheres a assumirem posições de liderança e a gestão dos recursos ambientais e enfrentamento dos desafios socioeconômicos (BRASIL, 2023).

2.2 O rio São Francisco e sua Importância

O São Francisco, também chamado de Velho Chico ou Opará, é muito estimado pela população dos locais por onde passa (pescadores, vazanteiros, quilombolas, indígenas e criadores de bovinos e caprinos), que se servem da água e produtos do rio e estabelecem vínculos de subsistência, sociais, culturais, políticos e econômicos em torno do mesmo (CBHSF a).

Ocupando cerca de 8% do território nacional, a bacia hidrográfica do Rio São Francisco possui uma extensão territorial de 2863 km, sendo a terceira maior bacia hidrográfica brasileira. O rio nasce na serra da canastra em Minas Gerais e desagua no oceano atlântico na divisa que fica entre Alagoas e Sergipe, passando por seis estados e pelo Distrito Federal (Minas Gerais, Goiás, Bahia, Pernambuco, Alagoas e Sergipe) e em mais de 500 municípios brasileiros como demonstrado na FIGURA 2.1(CBHSF a; ASCOM UFAL; ASCOM LAPIS; BLOG LETRAS AMBIENTAIS, 2024).

A bacia hidrográfica do São Francisco é dividida em Alto, Médio, Submédio e Baixo São Francisco. O Baixo São Francisco (BSF) representa 5% da bacia, percorrendo Alagoas (43,9%), Sergipe (23,8%), Pernambuco (2,8%) e Bahia (9,5%). Nessa região, a população tem sua economia baseada na agropecuária e pesca tradicional, aquicultura, e recentemente em iniciativas que visam o fortalecimento do turismo (CBHSF b; SILVA & VARGAS, 2020).

O rio tem forte relevância para as comunidades ao longo de toda a bacia, servindo como local para práticas tradicionais, festivais e atividades religiosas e conseqüentemente a degradação do rio influencia diretamente a continuidade e

temperaturas favorece a evaporação dos corpos d'água e do solo, causando seca, desertificação e redução da formação de nuvens de chuva na região (DUCHENNE-MOUTIEN & NEETOO, 2021).

O monitoramento contínuo da qualidade da água, dos sedimentos no Rio São Francisco e da ictiofauna é crucial para entender os impactos das atividades humanas e das mudanças naturais nas populações ribeirinhas. Esse monitoramento ajuda a desenvolver estratégias de gestão destinadas a preservar a saúde do rio e o bem estar de suas comunidades dependentes (SOARES et al., 2022).

2.3 Nutrientes Inorgânicos e seu Papel na Qualidade da Água e Nutrição Humana

Os nutrientes inorgânicos desempenham um papel crucial nos ecossistemas aquáticos, particularmente no contexto da qualidade da água e da saúde dos organismos aquáticos (ATKINSON et al., 2016). O excesso de nutrientes pode levar à eutrofização, que causa a proliferação de algas nocivas e esgota os níveis de oxigênio na água, afetando negativamente os peixes e outras formas de vida aquática. Além disso, os nutrientes inorgânicos estão envolvidos em vários processos bioquímicos, por exemplo elementos como potássio, cálcio, enxofre, ferro, zinco, cobre, manganês e principalmente o nitrogênio (na forma de nitratos e amônio) e o fósforo (como fosfatos) são vitais para o crescimento de plantas aquáticas e fitoplâncton, sendo fundamentais para a fotossíntese e produção de energia (ATKINSON et al., 2016; PHILLIPS et al., 2024; ONYANGO et al., 2024).

Os peixes são conhecidos por serem uma fonte de alimento altamente nutritiva. Na alimentação humana o consumo recorrente de peixes é associado à melhoria da saúde cardiovascular e gastrointestinal, entre outros. Isso é particularmente importante para populações que dependem de peixes como fonte primária de alimento como é o caso da população do Baixo São Francisco (BSF). Os peixes são ricos em minerais essenciais como cálcio, fósforo, ferro, zinco, cobre e selênio que suportam várias funções fisiológicas, incluindo por exemplo a saúde óssea (cálcio e fósforo) e processos metabólicos (selênio, ferro e zinco) (REBELLATO et al., 2022; KRITTANAWONG et al., 2021; LI et al., 2020; MOHANTY et al., 2019).

2.4 Impactos Ambientais na Qualidade Nutricional dos Peixes e Riscos à Saúde Humana

A qualidade nutricional dos peixes pode ser afetada por fatores ambientais, como a qualidade e vazão da água, presença de poluentes orgânicos e concentração de nutrientes e contaminantes. A saúde dos pescados pode refletir a situação daquele ecossistema aquático, que podem representar riscos significativos à saúde de humanos que consomem a água e pescados (SOARES et al., 2022).

O ecossistema local depende de alguns elementos químicos em quantidades equilibradas, por outro lado, elementos como Hg, As, Pb e Cd são tóxicos e sua presença não deve ocorrer em nenhuma quantidade, pois podem causar danos à saúde dos animais e em alguns casos bioacumular e biomagnificar ao longo dos níveis tróficos (KUMAR et al., 2024; OOST et al., 2023; SAIDON et al., 2024).

A absorção de elementos inorgânicos varia de acordo com o tipo de tecido, influenciada pela fisiologia animal. Diferentes tecidos apresentam variação significativa nas concentrações elementares, por exemplo, órgãos como guelras e músculos são menos suscetíveis à bioacumulação de elementos tóxicos em comparação com os rins e o fígado. Elementos encontrados no fígado indicam a relação destes com o metabolismo, enquanto que nas guelras podem indicar a disposição dos elementos no ambiente (KUMAR et al., 2024).

O As e Hg têm seus impactos ambientais dependentes de sua forma química, sendo o metilmercúrio (MeHg) e o arsênio inorgânico as formas mais prejudiciais. No entanto, o arsênio pode ter o efeito tóxico amenizado pelas conversões que seus compostos sofrem no meio ambiente, transformando-o em arsenobetaína (SILVA et al., 2022; MERTINS et al., 2019).

Além disso, o uso excessivo dos agroquímicos nas proximidades do rio, principalmente em culturas como o arroz, pode contaminar o ecossistema aquático e lençóis freáticos. Os agroquímicos liberam compostos orgânicos e inorgânicos, que são associados a danos à saúde como câncer, problemas hepáticos e reprodutivos. Com os problemas ambientais associados a escassez de chuvas e infertilidade do solo, o uso destes agroquímicos tende a aumentar, piorando o cenário de poluição dos recursos hídricos (SILVA et al., 2023; DUCHENNE-MOUTIEN & NEETOO, 2021).

A carga poluidora proveniente dos agroquímicos ocasiona eutrofização e afeta a biodiversidade. A eutrofização ocorre naturalmente à medida que os corpos d'água vão envelhecendo, porém, esse processo é acelerado pelo escoamento de nutrientes (como nitrogênio e fósforo dos fertilizantes) provocando a proliferação de algas que esgotam o oxigênio na água, diminuem a penetração da luz, promovem um ambiente de competitividade por nutrientes criando condições prejudiciais a ictiofauna e flora local. Adicionalmente, a presença de pesticidas pode ocasionar o desaparecimento ou diminuição gradativa dos organismos daquele sistema biótico (AKINNAWO, 2023; ISLAM, 2022).

2.5 Digestão assistida por radiação micro-ondas

A digestão assistida por radiação micro-ondas é uma metodologia amplamente empregada no preparo de amostras para determinação por técnicas espectroscópicas. Esse método associa o aquecimento por radiação micro-ondas, a pressurização dos frascos de digestão e o uso combinado de ácidos diluídos ou concentrados, peróxido de hidrogênio e água, ajustando as proporções conforme as características da matriz e dos elementos de interesse (BIZZI et al., 2011; CALIFORNIA ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, 2022).

O processo de digestão proporciona a decomposição total ou parcial da amostra, convertendo de forma rápida e eficiente os elementos presentes em formas adequadas para análise em técnicas como ICP OES (espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado), ICP-MS (espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado) e MIP OES (emissão atômica com plasma induzido por micro-ondas) (EPA, 2007; CALIFORNIA ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, 2022)

Para isso, são otimizadas metodologias de digestão específicas para cada matriz analisada, ajustando as proporções de reagentes e adaptando o programa de aquecimento do instrumento conforme o analito de interesse. Algumas matrizes requerem uma mistura ácida mais agressiva para liberar os analitos em solução. Dessa forma, a combinação adequada desses fatores é crucial para garantir uma determinação precisa (SHEEHAN & FUREY, 2024)

O uso de ácidos diluídos tem sido aplicado na digestão de diversas matrizes. A tabela 2.1 apresenta as proporções utilizadas na decomposição ácida de amostras de aves, laticínios, grãos e vegetais diversos.

A redução da quantidade de ácido não compromete negativamente o processo de digestão para muitos tipos de amostras menos complexas. Isso ocorre, especialmente quando se utiliza ácido nítrico (HNO_3), devido à sua regeneração *in situ*, conforme ilustrado na figura 2.2 e equações 1, 2, 3 e 4. O processo de regeneração do ácido nítrico depende da presença de oxigênio no meio, e devido a isso, para que o processo seja favorecido em muitos casos adiciona-se o peróxido de hidrogênio (KRUG et al., 2019). Além disso, metodologias que empregam ácidos diluídos são menos prejudiciais ao meio ambiente, pois reduzem o volume de reagentes utilizados, diminuindo assim o custo da análise, a quantidade de material corrosivo a ser descartado e a exposição do analista. Outro benefício é a menor necessidade de diluições excessivas para adequação às técnicas de determinação, o que melhora a sensibilidade do método. (GARITA et al., 2021).

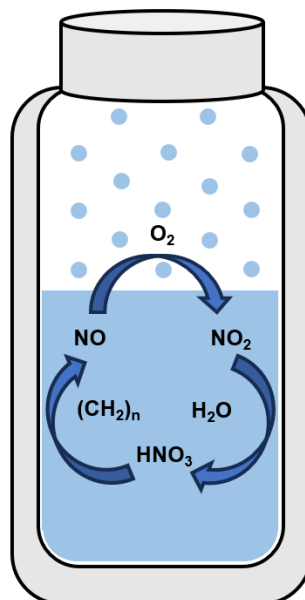
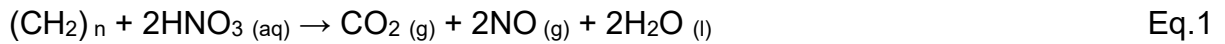


FIGURA 2.2: Representação das reações de regeneração do HNO_3 na presença de O_2 ocorrendo em um recipiente fechado.

Fonte: Elaborado pelo autor



2.6 Espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES)

A espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) se destaca por sua construção robusta e baixo custo operacional, fazendo o uso de um plasma de nitrogênio. O sistema óptico é composto por um monocromador Czerny-Turner de alta resolução, com uma grade de difração holográfica de 2.400 linhas/mm, capaz de cobrir uma faixa de comprimento de onda de 178 a 780 nm. O detector CCD de estado sólido, resfriado termoeletricamente a 0 °C, oferece alta sensibilidade e baixo ruído, possui um sistema de introdução de amostras modular, que inclui um nebulizador e uma câmara de nebulização ciclônica de vidro, projetados para otimizar a eficiência da análise. Na figura 2.3 é mostrado um esquema representativo dos componentes do instrumento (BALARAM, 2020)

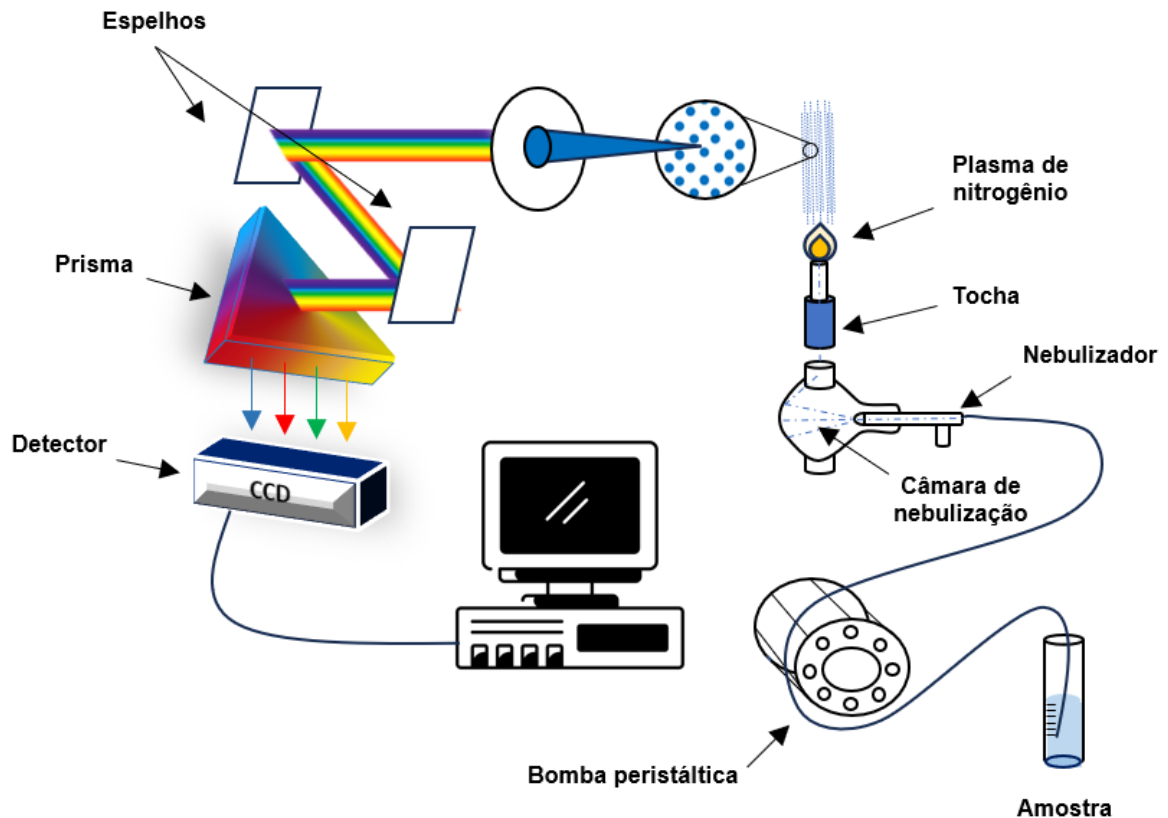


FIGURA 2.3: Esquema de representação do MIP OES
Fonte: Elaborado pelo autor

O uso da técnica MIP OES tem se mostrado eficiente para a determinação de diversos elementos em matrizes complexas. Segundo a Agilent Technologies, o instrumento pode chegar a detectar concentrações na faixa de ng/mL (ppb) e apresenta baixo custo operacional, boa estabilidade, sensibilidade e capacidade de análise multielementar sem o uso de Ar, operando a partir do uso de N obtido por meio de um gerador de nitrogênio ou cilindros para operação (AGILENT TECHNOLOGIES, 2015).

Apesar de ser equivalente a técnicas como ICP OES na determinação de uma grande variedade de analitos, sua sensibilidade para alguns elementos pode ser inferior a essa técnica e ao ICP-MS. Os motivos estão relacionados a fatores que afetam a sensibilidade do instrumento, como ajustes dos parâmetros instrumentais e do sistema de introdução de amostras, e principalmente pelo fato de o MIP OES possuir uma menor energia de excitação (VARBANOVA & STEFANOVA, 2015; CHALYAVI et al., 2017).

O plasma de micro-ondas atinge cerca de 5000 K, enquanto o ICP OES, que usa indução por radiofrequência e gás argônio, pode alcançar até 10.000 K nas regiões centrais. A maior energia térmica do ICP OES favorece processos de excitação, gerando sinais mais intensos, o que limita a aplicação do MIP OES em análises que exigem limites de detecção extremamente baixos, tornando-o, portanto, não equivalente a técnicas como ICP-MS (GONÇALVES et al., 2016; BALARAM, 2020; FREDEEN, 2004).

Estudos recentes demonstram a aplicação dessa técnica em diversas amostras, variando desde alimentos até materiais ambientais e fertilizantes (DIAS, 2021). A aplicação do MIP OES para a determinação de elementos inorgânicos em diferentes matrizes demonstrou ser uma ferramenta analítica eficaz e versátil. Na TABELA 2.1 é possível observar estudos realizados empregando a técnica na determinação de vários elementos.

TABELA 2.1: Levantamento bibliográfico de trabalhos que empregaram digestão ácida e posterior determinação elementar por MIP OES

Analitos	Amostra	Preparo de amostra	Concentração final HNO ₃ no frasco	Referência
P, K, Ca, Mg, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Si, Zn.	Amostras vegetais	5 mL HNO ₃ 7 mol L ⁻¹ 5 mL H ₂ O ₂ (30%).	3,5 mol L ⁻¹	Liberato et al., 2017.
K, Na, Ca, Mg, Fe, Co, Ni, Mn, Zn, Cr, Cu, Cd, Pb.	<i>Moringa Stenopetala</i>	HClO ₄ (70%): HNO ₃ (70%): H ₂ O ₂ (30%) 0,75: 2,5: 0,5.	9,33 mol L ⁻¹	Shemnsa et al., 2024.
Ca, K, Mg.	Queijos	3 mL HNO ₃ (65 –70%); 1 mL H ₂ O ₂ (30%).	10,5 mol L ⁻¹	Ozbeck; Akman., 2016.
Li, B, Na, Mg, Al, Si, P, S, K, Ca, Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Cd, Sn, Cs, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Pb.	<i>Camellia Sinensis</i>	5 mL HNO ₃ (65 –70%); 0,1 mL HCl (30%).	13,7 mol L ⁻¹	Kanrar et al., 2022.
Ca, Mg, P, K, Mn, Mg, Na, Ni, Zn.	Cereais	12 mL H ₂ O; 2 mL HNO ₃ (65 –70%); 2 mL H ₂ O ₂ (30%).	1,75 mol L ⁻¹	Braden; Klarquist; Kellogg., 2024.
Al, Ca, Cu, Fe, K, Mn, Mg, Na, Ni, Zn.	Arroz	10 mL HNO ₃ (65 –70%).	14 mol L ⁻¹	Ozbeck; Tinas; Atespare., 2019.
Ca, K, Na, Mg, Fe.	Vinhos	HNO ₃ (5%)	1 mol L ⁻¹	Drvodelic; Cauduro., 2015.
Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Zn.	Girassol	10 mL HNO ₃ (65 –70%);	14 mol L ⁻¹	Karlsson; Sjoberg; Ogar., 2015.

2.7 Espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS)

O espectrômetro de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) é um instrumento de alta performance, construído com vistas a oferecer resultados precisos e confiáveis em análises elementares e isotópicas baseando-se na separação e determinação de íons positivos em função da razão massa (m) carga (z) (SHIMADZU; LONGERICH, 2012; Wilschefski & BAXTER, 2019).

O equipamento possui um sistema de plasma estável (alimentado com argônio de alta pureza), um detector altamente sensível, um sistema de colisão/reação (que reduz interferências poliatômicas) com a capacidade de detectar elementos em concentrações na faixa de partes por trilhão (ppt) mesmo em matrizes complexas (SHIMADZU; AGILENT TECHNOLOGIES; Wilschefski & BAXTER, 2019). Um esquema representando os componentes e a configuração do sistema é demonstrado na figura 2.4.

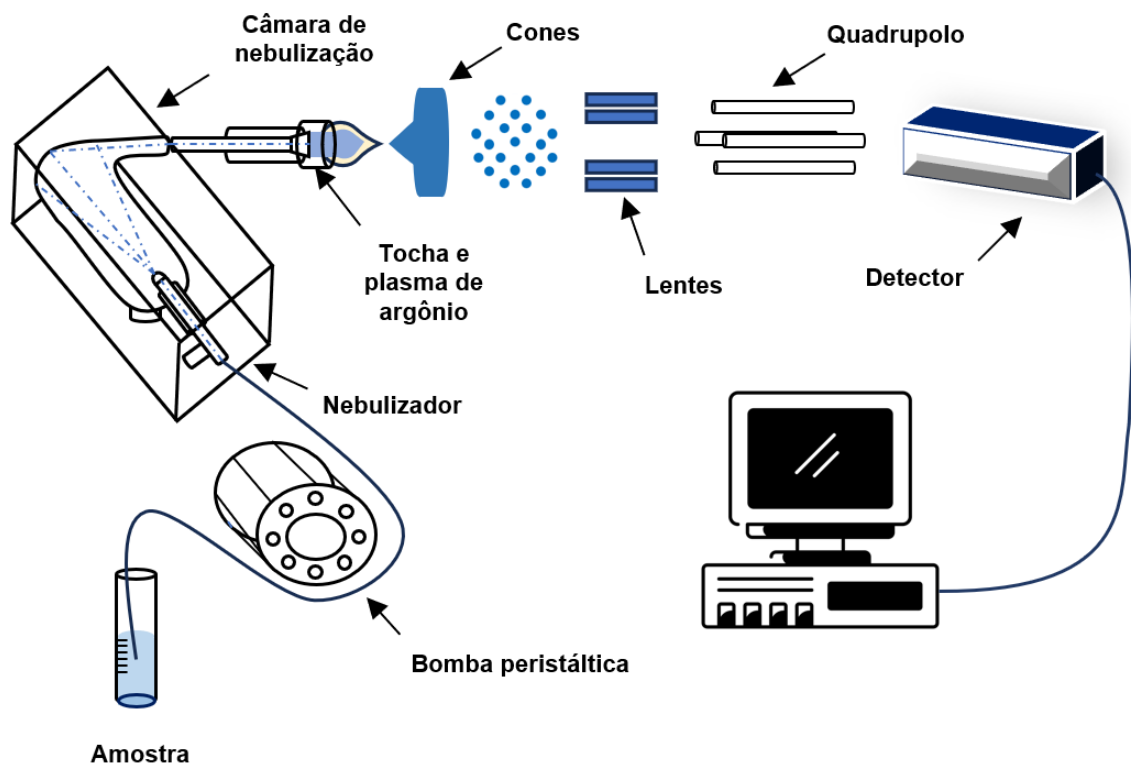


FIGURA 2.4: Esquema de configuração típica de um instrumento ICP-MS
Fonte: Elaborado pelo autor

A técnica é utilizada na determinação elementar de matrizes diversas, na TABELA 2.2 é descrito a proporção ácida empregada na etapa de preparo de amostras e os tipos de amostra que foram analisadas por ICP - MS em alguns trabalhos.

TABELA 2.2: Levantamento bibliográfico de trabalhos que utilizam digestão ácida e determinação de elementos inorgânicos por ICP-MS

Analitos	Amostra	Preparo de amostra	Concentração final HNO₃ no frasco	Referência
Na, Mg, P, K, Ca, Fe, Cu, Zn, Se, Cr, Mn, Mo.	Leite Humano	1,5 mL HNO ₃ (70%)	10 mol L ⁻¹	Hampel et al., 2024.
Be, Ti, V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Ga, Ge, As, Se, Sr, Zn, Nb, Mo, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Cs, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Te, Pb, Th, U.	Frangos	4 mL HNO ₃ (65%) 1 mL H ₂ O	11 mol L ⁻¹	An et al., 2024.

TABELA 2.2: Levantamento bibliográfico de trabalhos que utilizam digestão ácida e determinação de elementos inorgânicos por ICP-MS (continuação)

Analitos	Amostra	Preparo de amostra	Concentração final HNO₃ no frasco	Referência
Al, As, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Zn, Co, Mo, V.	Amostras comerciais de Leite	6 mL HNO ₃ 0,1 mol L ⁻¹ 2 mL H ₂ O ₂ (30%)	0,1 mol L ⁻¹	Lee et al., 2022.
Al, As, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Zn, Co, Mo, V.	Amendoim	6 mL HNO ₃ (65%) 2 mL H ₂ O ₂ (30%)	10,5 mol L ⁻¹	Chen et al., 2022.
V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Hg, Pb.	Folhas de hortelã	8 mL HNO ₃ (65%) 2 mL H ₂ O ₂ (30%)	11 mol L ⁻¹	Alsehli
Al, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Hg, Pb.	Produtos alimentícios veganos	HCl (37%) HNO ₃ (65%) (3:1)	3,5 mol L ⁻¹	Kopru, Cadir, Soylak., 2022
Mg, K, Ca, Al, Mn, Fe, Cu, zn, Se, rb, Cd, V, As.	Farinha de Trigo	8 mL HNO ₃ (65%) 12 mL H ₂ O ₂ (33%)	5,6 mol L ⁻¹	Alhagri e Albeshry., 2023.
Cu, Cr, Co, Ni, Ba, Se, As, Pb, Cd, V, Zn.	Ervas usadas para chás	6 mL HNO ₃ (65%) 2 mL H ₂ O ₂ (30%)	10,5 mol L ⁻¹	Kilic e Soylak., 2019.
As, Cd, Sb, Pb.	Grãos e produtos de cacau	6 mL HNO ₃ (65%) 2 mL H ₂ O ₂ (30%)	10,5 mol L ⁻¹	Mohamed, Zainudin e Yaakob., 2020.

2.8 Nutrientes e contaminantes em pescados

Segundo Varrà et al. (2021) é de suma importância a disponibilização de métodos confiáveis, e reprodutíveis que garantam a qualidade dos produtos oriundos da atividade pesqueira, visando a proteção de consumidores e produtores, que têm sofrido os impactos da degradação dos cursos d'água, o que conseqüentemente levanta questionamentos sobre a qualidade e segurança dos pescados (VARRÀ et al., 2021).

O emprego da digestão ácida como forma de preparo de amostras, e de técnicas espectrométricas na determinação dos analitos, tem sido realizado na determinação dos constituintes inorgânicos de pescados, com o objetivo de identificar elementos potencialmente tóxicos e nutrientes (VARRÀ et al., 2021). A tabela 2.3 apresenta trabalhos realizados nos últimos dez anos empregando concentrações variadas de ácido nítrico, aliado ao peróxido de hidrogênio e empregando ICP OES, MIP OES e ICP-MS.

TABELA 2.3: Levantamento bibliográfico de trabalhos que utilizaram variadas diluições ácidas no preparo de amostras empregando digestão posterior determinação de elementos inorgânicos por técnicas espectrométricas de plasma

Analitos	Amostra	Preparo de amostra	Concentração final HNO₃ no frasco	Técnica	Referência
Pb, Cd, Al, Hg, As.	Camarões e mariscos	Bloco digestor 25 mL HNO ₃ (68%), 2,0 mL H ₂ O ₂ (32%).	13 mol L ⁻¹	ICP-MS ICP OES	Habte et al., 2015
As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Se, Zn.	Material de referência certificado (Proteína de peixe)	Digestão assistida por micro-ondas 5,0 mL HNO ₃ (65%), 2 mL H ₂ O ₂ (30%); 1 mL H ₂ O	8,7 mol L ⁻¹	ICP-MS	Shimadzu
Al, Cd, Cu, Hg, Mg, Sb, Zn, Ba, Ca, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, Ti.	Peixes e camarão	Bloco digestor 5 mL HNO ₃ (65%), 2 mL H ₂ O ₂ (35%).	10 mol L ⁻¹	MIP OES	Silva et al., 2019.
Cd, Cr, Cu, Fe, Mn.	Peixes Estaurinos	Digestão assistida por micro-ondas 2 mL HNO ₃ (65%).	14 mol L ⁻¹	ICP OES	Silva et al., 2023.
Hg, Cd, Pb, As, Cu, Fe, Zn.	Peixe	Digestão assistida por micro-ondas 10 mL HCl 5 mL HNO ₃ (65%)	4,7 mol L ⁻¹	MIP OES	Rios, Peñuela & Botero, 2017.
As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Zn	Peixe e carne bovina	Digestão assistida por micro-ondas 8 mL de HNO ₃ 4,8 mol L ⁻¹ 2mL H ₂ O ₂ (30%)	3,8 mol L ⁻¹	MIP OES	Sá et al., 2020.
Zn, Cu, Fe, Pb, Ca, K, Mg, P.	Moluscos Bivalves	Bloco digestor 5 mL HNO ₃ (65%) 2mL H ₂ O ₂ (30%)	10 mol L ⁻¹	ICP OES	Santos, Freitas & Zeidan, 2023.
Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Zn.	Crustáceos	Bloco digestor :1 mL TMAH (25%) e 1 mL HNO ₃ (65%) e Digestão assistida por micro-ondas: 4 mL HNO ₃ (65%) 4 mL H ₂ O 4 mL H ₂ O ₂ (30%)	7 mol L ⁻¹ (Bloco digestor) e 4,7 mol L ⁻¹ (Micro-ondas)	MIP OES	Lemos, Cruz & Dantas, 2021.

2.9 Ferramentas estatísticas aplicadas ao tratamento e interpretação de dados

2.9.1 Validação de Métodos

A validação de metodologias analíticas é uma importante ferramenta que permite garantir a confiabilidade e a reprodutibilidade de resultados adquiridos, principalmente quando se trata de análises realizadas por técnicas altamente complexas. Parâmetros como limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ), precisão, exatidão, linearidade e seletividade são avaliadas segundo diretrizes normativas nacionais e internacionais, visando assegurar o desempenho metodológico. Testes estatísticos como teste t, teste F, ANOVA, regressão linear, entre outros, são empregados na avaliação da qualidade dos dados, sendo ferramentas importantes para o desenvolvimento do trabalho e interpretação correta dos resultados (ANVISA, 2017; INMETRO, 2016; VIM, 2012).

2.9.2 Self-Organizing Maps (SOM)

A Self-Organizing Maps (SOM) é uma ferramenta visual que emprega redes neurais para avaliar e classificar dados, visando diminuir a dimensionalidade dos mesmos e assim melhor interpreta-los. A ferramenta é baseada em aprendizagem não supervisionada, ou seja, o sistema se auto-organiza e agrupa as amostras de acordo suas características, reunindo semelhantes entre si em um mesmo agrupamento (VESANTO & ALHONIEMI, 2000). A figura 2.5 apresenta um esquema representativo de como ocorre a auto-organização.

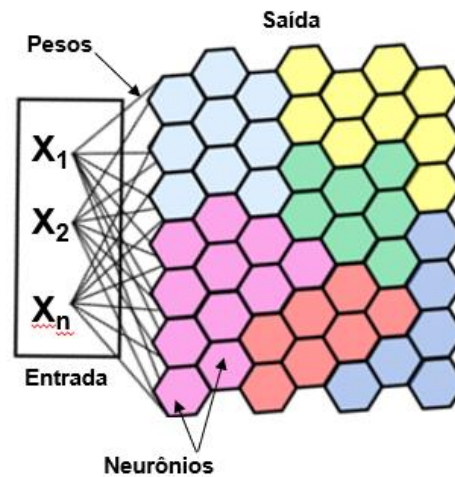


FIGURA 2.5: Esquema representativo do Self-Organizing Maps (SOM)
Fonte: Elaborado pelo autor

A SOM tem sido empregada desde muito tempo, e ganhou destaque pois sua aplicação é possível em áreas de estudo diversas, abrangendo a seleção de padrões internos para a determinação de elementos por técnicas de plasma (MOREIRA et al. 2021), a classificação de algas de uma determinada região (BALBINOT et al., 2005), avaliação de elementos tóxicos e compostos bioativos em rosas (SANTOS, 2018) e estudos genéticos em soja (SÁ et al., 2021), entre outros.

3 OBJETIVOS

3.1 Gerais

- Desenvolver e validar procedimento para a determinação dos elementos Ca, Mg, K, P, Fe e Zn, Cr, V, Ni, Cu, Co, Mn, Mo, Se, Sr, As, Cd, Hg, Pb em pescados, aliando técnicas de preparo de amostras a técnicas de plasma.

3.2 Específicos

- Preparar de forma adequada as amostras provenientes do Rio São Francisco, incluindo liofilização, moagem e armazenamento adequados;
- Empregar ácido diluído no preparo das amostras e estabelecer as condições instrumentais para a determinação de nutrientes e contaminantes;
- Validar os procedimentos estabelecidos;
- Determinar os teores de macro e micronutrientes e contaminantes em amostras coletadas em ao menos 2 períodos do ano (inverno e verão);
- Aplicar ferramentas quimiométricas para a classificação e comparação dos resultados;
- Obter informações que contribuam com as medidas de segurança alimentar;

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 Instrumentação

Todas as amostras de pescados foram liofilizadas (Modelo EC, MicroModulyo, New York, EUA) e moídas em um moinho analítico (A11 Basic Ika) utilizando nitrogênio líquido.

Para o preparo das amostras utilizou-se um sistema de digestão ácida assistida por radiação micro-ondas (Multiwave Go Plus, Anton Paar, Graz, Áustria) com rotor de 12 fracos.

O programa de aquecimento escolhido empregou uma rampa de aquecimento de 10 minutos até atingir 100 °C, mantendo esta temperatura por 10 minutos, seguido por nova rampa de 10 minutos até atingir 180 °C, mantendo esta temperatura por 10 minutos. Após esta etapa iniciou-se o resfriamento por 25 minutos ou até a temperatura chegar a 55°C. A TABELA 4.1 apresenta o programa de aquecimento empregado.

TABELA 4.1: Programa de aquecimento empregado na digestão ácida assistida por micro-ondas

Etapas	Rampa (min)	Temperatura (°C)	Permanência (min)
1º Aquecimento	10:00	100	10:00
2º Aquecimento	10:00	180	10:00
3º Resfriamento	-	55	25:00

A determinação dos macronutrientes (Ca, Mg, P e K) foi realizada em um espectrômetro de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) (Agilent Technologies, Modelo 4200, Melbourne, Austrália) com bomba peristáltica para propulsão dos fluidos, nebulizador Duramist, câmara de nebulização ciclônica e tocha de quartzo com tubo injetor central de 2,0 mm de diâmetro interno. Em conjunto a esse equipamento, foi utilizado um gerador de nitrogênio (Agilent Technologies, model 4107).

Os parâmetros instrumentais, condições operacionais e os comprimentos de onda selecionados para determinação dos analitos por MIP OES nas amostras dos pescados coletados durante o verão/2023 e o inverno/2024 estão apresentados na TABELA 4.2.

TABELA 4.2: Parâmetros instrumentais e condições operacionais para a determinação dos analitos por MIP OES

MIP OES	
Parâmetros Instrumental	Condição Operacional
Frequência do micro-ondas (MHz)	2450
Potência do Plasma (kW)	1
Tempo de estabilização (s)	10
Correção do sinal de fundo	Automática
Tempo de integração (s)	8
Nebulizador	Duramist
Câmara de nebulização	Ciclônica, duplo-passo
Posição de observação do plasma	10 (Ca, Mg e K) e -10 (P)
Vazão de gás de nebulização (L min⁻¹)	0,55 (Ca, Mg e P) e 0,75 (K)
Analíto	Comprimento de onda (nm)
Ca	422,673
Mg	280,270
P	213,618
K	766,491

A determinação dos micronutrientes (Fe e Zn) e dos elementos traço (Cr, V, Ni, Cu, Co, Mn, Mo, Se, Sr, As, Cd, Hg, Pb) foi realizada em um espectrômetro de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) (Modelo 7800, Agilent Technologies, Tóquio, JHS, Japão) equipado com célula de colisão e reação pressurizada com He de alta pureza (99,9999%) (White Martins-Praxair, Sertãozinho, SP, Brasil), nebulizador Micro mist, câmara de nebulização Scott-duplo passo e tocha de quartzo. Argônio de alta pureza (99,999%) (White Martins-Praxair, Sertãozinho, SP, Brasil) foi utilizado para geração do plasma, nebulização e gás auxiliar.

Os parâmetros instrumentais, condições operacionais e isótopos monitorados para determinação dos analitos por ICP-MS nas amostras dos pescados coletados durante o verão/2023 e o inverno/2024 estão apresentados na Tabela TABELA 4.3.

TABELA 4.3.: Parâmetros instrumentais e condições operacionais para a determinação dos analitos por ICP-MS

ICP-MS	
Parâmetro Instrumental	Condição operacional
Potência aplicada ao plasma(kW)	1,55
Fluxo de gás no plasma (L min ⁻¹)	15
Fluxo do gás de nebulização (L min ⁻¹)	0,42
Tempo de estabilização (s)	20
Tempo de integração/massa (s)	0,3
Gás de diluição (L min ⁻¹)	0,6
Taxa de fluxo (mL min ⁻¹)	4,5
Nebulizador	Micro mist
Número de replicatas	3
Analito	Massa/Carga monitorada
V	⁵¹ V [He]
Cr	⁵³ Cr [He]
Fe	⁵⁶ Fe [He]
Mn	⁵⁵ Mn [He]
Co	⁵⁹ Co [He]
Ni	⁶⁰ Ni [He]
Cu	⁶⁵ Cu [He]
Zn	⁶⁶ Zn [He]
As	⁷⁵ As [He]
Se	⁷⁷ Se [No Gas]
Sr	⁸⁸ Sr [He]
Mo	⁹⁵ Mo [He]
Cd	¹¹¹ Cd [He]
Hg	²⁰² Hg [He]
Pb	²⁰⁸ Pb [He]

4.2 Reagentes e soluções

O preparo de todas as soluções foi feito utilizando água ultrapura (resistividade 18.2 MΩ cm, Milli-Q, Millipore, Bedford, MA, EUA). As vidrarias utilizadas foram submetidas a limpeza e posterior desmineralização em banho ácido (ácido nítrico (HNO₃) a 10% v v⁻¹) por no mínimo 24h, sendo posteriormente

submetidas a um enxague com água ultrapura e secagem em capela de fluxo laminar.

A digestão das amostras foi realizada empregando ácido nítrico (Synth, Diadema, SP, Brasil) previamente purificado em um sistema de destilação abaixo do ponto de ebulição (sub-boiling Distillacid, modelo BSB-939-IR (Berghof, Eningen, Alemanha) e peróxido de hidrogênio (H_2O_2 30% m m⁻¹, Sigma Aldrich, Darmstadt, Alemanha).

O preparo das soluções utilizadas para a construção das curvas analíticas de calibração foi realizado a partir da diluição de soluções padrão comerciais de 1000 mg L⁻¹ de (Ca, Mg, K, P, Fe e Zn, Cr, V, Ni, Cu, Co, Mn, Mo, Se, Sr, As, Cd, Hg e Pb) (Spec sol, Quimilab Química & Metrologia, São Paulo).

4.3 Amostras

As amostras analisadas nesse trabalho estão inseridas em um projeto de pesquisa liderado pela Embrapa Tabuleiros Costeiros, localizada em Aracaju, SE e com a participação da Embrapa Pecuária Sudeste. O projeto “Indicadores ambientais e socioeconômicos para a gestão integrada participativa dos recursos hídricos da região estuarina do Rio São Francisco e zonas costeiras adjacentes” é coordenado pelo pesquisador Marcus Aurelio Soares Cruz e financiado pelo CNPq e conta com ações em diferentes frentes, dentre as quais se incluem o controle de nutrientes e elementos potencialmente tóxicos nos peixes e crustáceos coletados em diferentes períodos do ano.

A amostragem foi realizada visando especificamente áreas que provavelmente são influenciadas por fatores naturais e antropogênicos. As amostras empregadas neste trabalho foram coletadas na região do Baixo Rio São Francisco, localizada no município de Brejo Grande, SE. Nas TABELAS 4.4 e 4.5 estão as espécies coletadas e qual a quantidade das mesmas por estação.

TABELA 4.4. Espécies coletadas no período do inverno

Inverno			
Nome comum	Nome científico	Hábito alimentar	Quantidade
Robalo	<i>Centropomus parallelus</i>	Carnívoro	6
Bagre	<i>Cathorops agassizii</i>	Onívoro	5
Carapicu	<i>Eucinostomus melanopterus</i>	Onívoro	5
Traíra	<i>Hoplias malabaricus</i>	Carnívoro	5
Baiacú	<i>Lagocephalus sp</i>	Carnívoro	3
Baiacú pintinha	<i>Lagocephalus sp</i>	Carnívoro	3
Carapeba	<i>Eugerres sp</i>	Onívoro	3
Cumbá	<i>Trachelyopterus galeatus</i>	Onívoro	3

TABELA 4.4. Espécies coletadas no período do inverno (continuação)

Inverno			
Nome comum	Nome científico	Hábito alimentar	Quantidade
Linguado	<i>Em identificação</i>		3
Piau branco	<i>Schizodon knerii</i>	Onívoro	3
Pirambeba	<i>Serrasalmus brandtii</i>	Carnívoro	3
Sarapó	<i>Sternopygus macrurus</i>	Carnívoro	3
Tainha	<i>Mugil sp</i>	Planctívora	3
Vermelha	<i>Em identificação</i>	-	3
Caranha	<i>Lutjanus cyanoptereus</i>	Carnívoro	2
Pacu Cd	<i>Metynnis maculatus</i>	Onívoro	2
Piau três pintas	<i>Megaleporinus obtusidens</i>	Onívoro	2
Tucunaré amarelo	<i>Cichla kelberi</i>	Carnívoro	2
Xareu	<i>Caranx latus</i>	Carnívoro	2
Lambiá	<i>Em identificação</i>	-	1
Pescada	<i>Em identificação</i>	-	1
Piaba facão	<i>Triportheus guentheri</i>	-	1
Piaba verde	<i>Bryconops affinis</i>	Onívoro	1
Piranha	<i>Pygocentrus piraya</i>	Carnívoro	1
Robalo linha reta	<i>Centropomus sp</i>	Carnívoro	1
Tilápia	<i>Oreochromis niloticus</i>	Onívoro	1

TABELA 4.5 Espécies coletadas no período do verão

Verão			
Nome comum	Nome científico	Hábito Alimentar	Quantidade
Piau Branco	<i>Schizodon knerii</i>	Onívoro	6
Tucunaré	<i>Cichla kelberi</i>	Piscívoro-Carnívoro	6
Carapicu	<i>Eucinostomus melanopterus</i>	Onívoro	5
Pacu Cd	<i>Metynnis maculatus</i>	Onívoro	5
Piau três pintas	<i>Megaleporinus obtusidens</i>	Onívoro	5
Piau verdadeiro	<i>Megaleporinus Reinhardt</i>	Onívoro	5
Piranha	<i>Pygocentrus piraya</i>	Carnívoro	5
Robalo	<i>Centropomus sp</i>	Piscívoro-Carnívoro	5
Sarapó	<i>Sternopygus macrurus</i>	Onívoro	5
Cumbá	<i>Trachelyopterus galeatus</i>	Onívoro	4
Pirambeba	<i>Serrasalmus brandtii</i>	Carnívoro	4
Camarão	<i>Macrobrachium sp</i>	Carnívoro	3
Piau Preto	<i>Leporinus piau</i>	Onívoro	2
Tilápia	<i>Oreochromis niloticus</i>	Onívoro	2
Bagre	<i>Cathorops agassizii</i>	Carnívoro	1
Cará Boi	<i>Astronotus ocellatus</i>	Carnívoro	1
Olho de Boi	<i>Seriola sp</i>	Carnívoro	1
Pilombeta	<i>Anchoviella vaillanti</i>	Onívoro	1
Tainha	<i>Mugil curema</i>	Detritívoro	1
Traíra	<i>Hoplias malabaricus</i>	Carnívoro	1

As estratégias de coleta foram empregadas de forma a obter uma amostragem adequada, em locais próximos a pontos de descarga de poluentes em potencial, de maneira que os resultados permitam entender a influência das atividades humanas na qualidade da água. Além disso, amostras adicionais foram retiradas de pontos intermediários ao longo do rio para fornecer uma compreensão abrangente da distribuição de nutrientes ao longo do mesmo na região do Baixo São Francisco.

Imediatamente após as coletas, os peixes foram congelados e encaminhados para o laboratório da Embrapa Tabuleiros Costeiros, onde foram evisceradas e os tecidos separados e processados de acordo com o procedimento descrito por Silva e Nogueira (2022), congelados e encaminhados para a Embrapa Pecuária Sudeste, onde foram liofilizados, moídos e analisados.

Foram encaminhadas para a unidade da Embrapa Pecuária Sudeste 136 amostras de pescados coletados, divididas em 68 amostras coletadas no período referente ao verão de 2023 e outras 68 amostras coletadas no período referente ao inverno de 2024.

Materiais de referência certificados (CRMs) de hepatopâncreas de lagosta (TORT-3) e proteína de peixe (DORM-4), produzidos pelo NRC (National Research Council, Canadá) e os materiais de referência tecido muscular de peixe (IPEN) e tecido de peixe (MR-Agro E3002A, EMBRAPA), além de estudos de adição e recuperação foram empregados na etapa de validação da metodologia empregada. Todos os materiais de referência e brancos analíticos foram submetidos às mesmas condições de digestão e determinação das amostras.

As análises foram realizadas em vinte e oito tipos de peixes e um tipo de camarão. As espécies que apareceram em maior quantidade nas amostras analisadas foram o Robalo (12), seguido pelo Carapicu (10), o Sarapó (8) e o Tucunaré (8), Em seguida, o Cumbá (7), o Pacu CD (7) e a Pirambeba (7) e o Bagre (6), o Baiacú (6), o Piau branco (6), a Piranha (6) e a Traíra (6). Essas foram as espécies mais frequentes nos dados analisados.

As espécies que aparecem tanto no verão quanto no inverno são Bagre, Baiacú, Carapicu, Cumbá, Pacu CD, Piau Branco, Piau Três Pintas, Pirambeba, Piranha, Robalo, Sarapó, Tilápia, Traíra e Tainha. As espécies que aparecem somente no verão incluem Piau Verdadeiro, Tucunaré, Camarão, Piau Preto, Cará Boi, Olho De Boi, Pilombeta e Tainha. As espécies registradas apenas no inverno são Baiacú Pintinha, Caranha, Carapeba, Lambiá, Linguado, Pescada, Piaba Facão, Piaba Verde, Robalo Linha Reta, Vermelha, Xareu e Tucunaré Amarelo.

4.4 Preparo de amostras

4.4.1 Liofilização e moagem:

Todas as amostras foram liofilizadas por um tempo mínimo de 72 horas. Após liofilizadas as amostras foram transferidas para o recipiente do moinho, sendo adicionado nitrogênio líquido até congelamento total, quando foi feita a moagem por 10 segundos. Por fim, as amostras foram transferidas para tubos de polipropileno secos, devidamente fechados, identificados e armazenados.

4.4.2 Procedimento de digestão assistida por radiação micro-ondas

As amostras de pescado, bem como os materiais de referência certificados foram digeridos em triplicata, em forno assistido por radiação micro-ondas com sistema fechado. Foram utilizados 0,2 g de amostra, 3,0 mL de HNO_3 7,0 mol L^{-1} , 3,0 mL de água ultrapura e 2,0 mL de H_2O_2 30% (m m^{-1}).

Após o término das digestões, os digeridos foram transferidos para tubos de polipropileno e avolumados para 20 mL com água ultrapura, possuindo após a diluição uma acidez de aproximadamente 1 mol L^{-1} .

A fim de não ultrapassar a acidez e o teor de sólidos dissolvidos sugeridos pelo fabricante dos equipamentos, de até 10% (v v^{-1}) e 1% (m v^{-1}), respectivamente, para o MP AES, e até 1% (v v^{-1}) e 0,2% (m v^{-1}) para o ICP-MS, todas as amostras foram novamente diluídas, cinco vezes antes das determinações por MIP OES e dez vezes para a leitura no ICP-MS. A FIGURA 4.1 apresenta o fluxograma representativo da análise realizada.

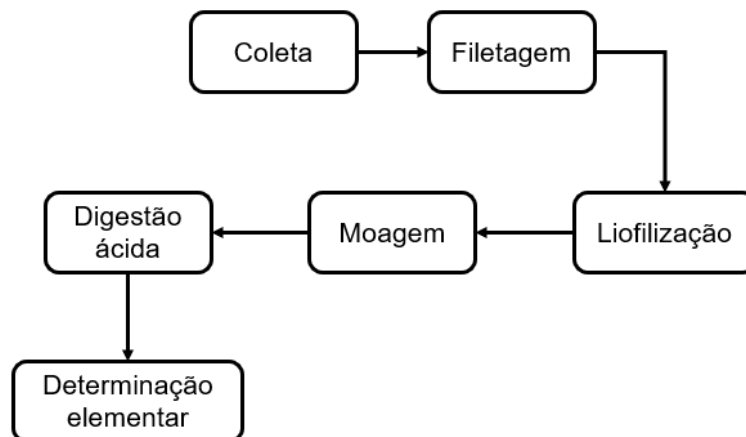


FIGURA 4.1 Fluxograma das etapas da análise realizada

Fonte: Elaborado pelo autor

5 RESULTADOS

5.1 Validação da metodologia utilizada na determinação dos analitos

5.1.1 Linearidade e faixa dinâmica linear

A linearidade refere-se à capacidade do método de fornecer resultados linearmente proporcionais à concentração do analito na amostra, dentro de uma determinada faixa analítica (ANVISA, 2017). A avaliação da linearidade pode ser feita avaliando o coeficiente de correlação (r), o coeficiente de determinação (R^2), a avaliação dos resíduos da regressão linear e testes estatísticos capazes de identificar comportamento heterocedástico na curva analítica. Essa avaliação foi realizada a partir das diretrizes fornecidas pelo INMETRO (2020) e ANVISA (2017), aplicando a equação da regressão linear simples para os analitos que apresentaram comportamento homocedástico e a regressão linear ponderada para os de comportamento heterocedástico.

Os resultados das curvas analíticas estão apresentados resumidamente na TABELA 5.1. Uma boa linearidade foi estabelecida, com coeficientes de determinação (R^2) superiores a 0,995 para todos os analitos.

TABELA 5.1: Valores referentes a equação da reta, R^2 , coeficiente de correlação (r) e a faixa dinâmica utilizada para a elaboração das curvas analíticas

Analitos	Equação da reta	R^2	r	Faixa dinâmica linear (mg L^{-1})
Ca	$y = 133894x + 27132$	0,9999	0,9999	0,5-40
Mg	$y = 19649x + 16082$	0,9985	0,9993	0,5-40
P	$y = 100x + 131$	0,9972	0,9986	0,5-40
K	$y = 33233x + 44099$	0,9969	0,9985	0,5-40

TABELA 5.1: Valores referentes a equação da reta, R^2 , coeficiente de correlação (r) e a faixa dinâmica utilizada para a elaboração das curvas analíticas (continuação)

Analitos	Equação da reta	R^2	R	Faixa dinâmica linear ($\mu\text{ L}^{-1}$)
V	$y = 23374x - 385$	0,9993	0,9996	0,25-20
Cr	$y = 3050x - 5$	0,9998	0,9999	0,25-20
Fe	$y = 1027x + 13247$	0,9968	0,9984	0,25-40
Mn	$y = 27049x + 2405$	0,9991	0,9995	0,25-20
Co	$y = 40350x + 3346$	0,9976	0,9988	0,25-20
Ni	$y = 5600x + 31,6$	0,9997	0,9998	0,25-20
Cu	$y = 6149x + 168$	0,9997	0,9999	0,25-20
Zn	$y = 1738x + 5555,5$	0,9999	0,9999	0,25-40
As	$y = 2353x + 255$	0,9983	0,9992	0,25-20
Se	$y = 162x + 21$	0,9983	0,9992	0,25-20
Sr	$y = 1282x + 29036$	0,9999	0,9999	0,25-20
Mo	$y = 4938x - 29$	0,9988	0,9994	0,25-20
Cd	$y = 7134x + 6$	0,9999	0,9999	0,25-20
Hg	$y = 3132x + 322$	0,9984	0,9992	0,25-20
Pb	$y = 19118x - 224$	0,9999	0,9999	0,25-20

O teste de Cochran foi aplicado para avaliar a presença de heterocedasticidade, considerando C calculado $<$ C tabelado para homocedasticidade, os resultados podem ser visualizados na tabela TABELA 5.2. Para os elementos que apresentaram curvas com comportamento heterocedástico os coeficientes angulares e lineares foram recalculados, utilizando a regressão linear ponderada.

TABELA 5.2: Valores referentes ao teste estatístico empregado para identificação de heterocedasticidade

COCHRAN			
Analito	C_{calculado}	C_{tabelado}	Condição
Pb	0,89	0,68	Heterocedástica
V	0,74	0,68	Heterocedástica
Cr	0,73	0,68	Heterocedástica
Fe	0,37	0,68	Homocedástica
Mn	0,58	0,68	Homocedástica
Co	0,64	0,68	Homocedástica
Ni	0,80	0,68	Heterocedástica
Cu	0,80	0,68	Heterocedástica
Zn	0,609	0,598	Heterocedástica
As	0,64	0,68	Homocedástica
Se	0,517	0,68	Homocedástica
Sr	0,697	0,68	Heterocedástica
Mo	0,75	0,68	Heterocedástica
Cd	0,72	0,68	Heterocedástica
Hg	0,52	0,68	Homocedástica
P	0,587	0,598	Homocedástica
Mg	0,48	0,598	Homocedástica
Ca	0,61	0,598	Heterocedástica
K	0,48	0,598	Homocedástica

Os valores obtidos para r e R^2 aliados à ANOVA obtidos na regressão indicaram um modelo ajustado que explica adequadamente a variação dos dados, o que sugere um bom ajuste. Os valores de p para a variável independente são $<0,05$, reforçando que essa variável é altamente significativa para o modelo e os valores de F são altos, e a variação de y em relação a x é efetiva para todos os elementos, indicando forte relação entre estas variáveis. A TABELA 5.3b apresenta os valores de p e F para cada um dos analitos.

TABELA 5.3: Valores referentes a ANOVA da análise de regressão linear

ANOVA		
Analíto	F calculado	(p – valor)
Pb	68667	4,45 x 10 ⁻²⁵
V	10013	4,6 x 10 ⁻²⁰
Cr	49722	3,0 x 10 ⁻²⁴
Fe	2516	8,0 x 10 ⁻⁴²
Mn	15240	2,4 x 10 ⁻²¹
Co	5875	1,2 x 10 ⁻¹⁸
Ni	29302	7,4 x 10 ⁻²³
Cu	30513	5,77 x 10 ⁻²³
Zn	69449	1,4 x 10 ⁻¹⁹
As	9478,7	5,0 x 10 ⁻²⁰
Se	8419	1,0 x 10 ⁻¹⁹
Sr	1234663	1,3 x 10 ⁻³²
Mo	5687	1,3 x 10 ⁻¹⁸
Cd	61099	9,0 x 10 ⁻²⁵
Hg	6919	4,0 x 10 ⁻¹⁹
P	3885	2,8 x 10 ⁻¹⁴
Mg	7466	1,0 x 10 ⁻¹⁵
Ca	1181938	4,0 x 10 ⁻²⁵
K	3279	7,6 x 10 ⁻¹³

5.1.2 Limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ)

O limite de detecção (LOD) pode ser definido como a menor concentração do analito que pode ser detectada, mas não necessariamente quantificada. Já o limite de quantificação (LOQ) corresponde à menor concentração do analito que pode ser quantificada com certeza estatística (ANVISA, 2017).

Os valores de LOD e LOQ foram calculados utilizando a fórmula simplificada estabelecida pela DOQ-CGCRE-008 do INMETRO (2020). Para isso, foram empregadas as equações 5 e 6.

$$LOD=3,3 s/b \quad \text{Eq.5}$$

$$LOQ=10 s/b \quad \text{Eq.6}$$

Onde:

s = desvio padrão da leitura de 10 brancos

b = inclinação (coeficiente angular) da curva analítica

Os valores de LOD e LOQ para o procedimento proposto foram calculados considerando a massa de amostra e as diluições empregada e estão expressos na TABELA 5.4.

TABELA 5.4: Limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ) para as determinações elementares realizadas por MIP OES (Ca, Mg, P e K) e ICP-MS (V, Cr, Fe, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Sr, Mo, Cd, Hg e Pb)

Analito	Fração de massa (g kg ⁻¹)	
	LOD	LOQ
Ca	0,04	0,1
Mg	0,005	0,01
P	0,3	0,9
K	0,07	0,2

Analito	Fração de massa (mg kg ⁻¹)	
	LOD	LOQ
V	0,01	0,02
Cr	0,1	0,3
Fe	0,6	2
Mn	0,1	0,4
Co	0,02	0,05
Ni	0,07	0,2
Cu	0,1	0,3
Zn	0,5	1,5
As	0,05	0,1
Se	0,1	0,4
Sr	0,04	0,1
Mo	0,03	0,1
Cd	0,02	0,05
Hg	0,05	0,15
Pb	0,04	0,1

5.1.3 Veracidade

A veracidade indica o grau de concordância entre a média dos valores obtidos a partir do resultado experimental e o valor aceito como referência da medida, sendo a exatidão a combinação entre a veracidade e a precisão (VIM, 2012). Os quatro principais métodos recomendados para o estudo da veracidade são baseados no uso de material de referência certificado (CRM), na comparação do método proposto com um método de referência, no uso de ensaios de recuperação na matriz e em estudos colaborativos (INMETRO, 2020).

Neste trabalho, a veracidade do método foi avaliada através da análise de Materiais de referência certificados (CRMs) de hepatopâncreas de lagosta (TORT-3) proteína de peixe (DORM-4), produzidos pelo NRC (National Research Council, Canadá) e pelos materiais de referência tecido muscular de peixe (IPEN) e tecido de peixe (MR-Agro E3002A, EMBRAPA). Além disso, foram realizados ensaios de adição e recuperação na matriz, visando avaliar seu efeito na determinação dos analitos de interesse. Considerando o caráter multielementar das técnicas de determinação utilizadas e a variedade das amostras analisadas, a validação foi realizada considerando os resultados obtidos a partir de uma mesma condição de diluição e análise, não se procurando uma otimização individual para cada tipo de amostra.

As equações Eq.7, Eq.8 e Eq.9 foram empregadas para calcular respectivamente o ensaio de adição e recuperação, as recuperações para os materiais de referência certificados e para o desvio padrão relativo (DPR). As tabelas 5.8 e 5.9 apresentam os critérios de aceitação para as recuperações e coeficientes de variação.

$$\text{Recuperação (\%)} = \left(\frac{C_1 - C_2}{C_3} \right) \times 100 \quad \text{Eq.7}$$

Onde:

C1: concentração do analito na amostra fortificada

C2: concentração do analito na amostra não fortificada

C3: concentração do analito adicionado à amostra fortificada

$$\text{Recuperação (\%)} = \frac{\text{valor obtido}}{\text{valor observado}} \times 100 \quad \text{Eq.8}$$

$$DPR = \frac{\text{desvio padrão}}{\text{concentração média determinada}} \times 100 \quad \text{Eq.9}$$

Os valores certificados e determinados para todos os materiais de referência estão apresentados na TABELA 5.5 e os empregados nos ensaios de adição e recuperação na TABELA 5.6 e TABELA 5.7. As recuperações foram satisfatórias para os elementos determinados, dentro dos critérios de aceitação para recuperação dos analitos apresentados na tabela TABELA 5.8.

TABELA 5.5: Valores de referência, valores obtidos para a fração massa (na base seca) e recuperação atribuídos aos macros e micronutrientes determinados nos materiais de referência avaliados (n = 3)

Analito	Técnica	Valor certificado ± U (mgkg ⁻¹)	Valor obtido ± IC (mg.kg ⁻¹)	Recuperação (%)	CRM
Ca	MIP OES	2360 ± 140	2407 ± 150	102	DORM-4
Mg	MIP OES	910 ± 80	816 ± 44	90	DORM-4
P	ICP OES	5931,05 ± 376,69	5470,6 ± 111	92	RM-AGRO E3002A
K	ICP OES	12555 ± 490	12374 ± 1016	99	IPEN
Analito	Técnica	Valor certificado ± U (mg.kg ⁻¹)	Valor obtido ± IC (mg.kg ⁻¹)	Recuperação (%)	CRM
V	ICP-MS	9,1 ± 0,4	9,5 ± 0,8	105	TORT-3
Cr	ICP-MS	1,87 ± 0,18	1,95 ± 0,26	98	DORM-4
Fe	ICP-MS	179 ± 8	179,5 ± 7,66	100	TORT-3
Mn	ICP-MS	15,6 ± 1	14,96 ± 1,12	96	TORT-3
Co	ICP-MS	1,06	0,99 ± 0,06	94	TORT-3
Ni	ICP-MS	1,34 ± 0,14	1,2 ± 0,2	90	DORM-4
Cu	ICP-MS	497 ± 22	471 ± 34	95	TORT-3
Zn	ICP-MS	16,65 ± 0,5	16,18 ± 0,76	97	IPEN
As	ICP-MS	6,87 ± 0,44	7,7 ± 0,93	111	DORM-4
Se	ICP-MS	10,9 ± 1	11 ± 0,7	104	TORT-3
Sr	ICP-MS	36,5 ± 1,6	36,49 ± 7	100	TORT-3
Mo	ICP-MS	3,44 ± 0,12	3,27 ± 0,3	95	TORT-3
Cd	ICP-MS	42,3 ± 1,8	42,9 ± 2,7	101	TORT-3
Hg	ICP-MS	0,412 ± 0,036	0,417 ± 0,03	101	DORM-4
Pb	ICP-MS	0,225 ± 0,018	0,220 ± 0,01	98	TORT-3

U = Incerteza

IC = Intervalo de Confiança

TABELA 5.6. Recuperações obtidas para quatro níveis de concentração (mg L^{-1}) para os elementos determinados por MIP OES nos estudos de adição e recuperação

Concentração adicionada mg L^{-1}	Recuperação (%)			
	P	Mg	Ca	K
3	101,8	107,2	117,1	80,2
5	111,4	109,4	112,4	104,9
10	86,9	93,7	96,9	63,3
30	99,3	97,0	98,7	80,3

TABELA 5.7. Recuperações obtidas para três níveis de concentração (mg L^{-1}) para os elementos determinados por ICP-MS nos estudos de adição e recuperação

Analíto	Recuperação (%)		
	Nível baixo	Nível médio	Nível alto
V	104	96	94
Cr	105	96	94
Fe	105	91	93
Mn	105	96	94
Co	102	94	92
Ni	102	94	92
Cu	104	92	88
Zn	98	96	95
As	106	98	106
Se	103	100	99
Sr	107	99	92
Mo	97	90	89
Cd	100	94	91
Hg	94	97	99
Pb	109	93	91

TABELA 5.8: Critério de aceitação para recuperação

Analito (%)	Fração de Massa (C)	Unidade	Recuperação (%)
100	1	100%	98 - 102
10	10 ⁻¹	10%	98 - 102
1	10 ⁻²	1%	97 - 103
0,1	10 ⁻³	0,1%	95 - 105
0,01	10 ⁻⁴	100 ppm (mg kg ⁻¹)	90 - 107
0,001	10 ⁻⁵	10 ppm (mg kg ⁻¹)	80 - 110
0,0001	10 ⁻⁶	1 ppm (mg kg ⁻¹)	80 - 110
0,00001	10 ⁻⁷	100 ppb (µg kg ⁻¹)	80 - 110
0,000001	10 ⁻⁸	10 ppb (µg kg ⁻¹)	60 - 115
0,0000001	10 ⁻⁹	1 ppb (µg kg ⁻¹)	40 - 120

Fonte: AOAC, 2016

TABELA 5.9. Coeficiente de variação (CV) para métodos quantitativos referentes a um intervalo de frações de massa do elemento

FRAÇÃO DE MASSA	CV (%)
≥ 10 µg/kg a 100 µg/kg	20
> 100 µg/kg a 1 000 µg/kg	15
≥ 1 000 µg/kg	10

Fonte: Jornal Oficial das Comunidades Europeias, 2002

5.1.4 Precisão

A precisão é um parâmetro que mede a concordância entre os resultados obtidos em uma série de aferições repetidas sob condições específicas. Ou seja, de acordo com o VIM, o grau de concordância entre indicações ou valores medidos, obtidos por medições repetidas, no mesmo objeto ou em objetos similares, sob condições especificadas (VIM, 2012).

A precisão de medição é geralmente expressa numericamente por características como o desvio padrão, a variância ou o coeficiente de variação (ou desvio padrão relativo) sob condições especificadas de medição. É utilizada para definir a repetibilidade, a precisão intermediária e a reprodutibilidade de medição (VIM, 2012).

Para avaliar a precisão do método foi realizado o teste de repetibilidade a partir dos valores obtidos em seis repetições em quatro diferentes valores de

concentração para o MIP OES e três concentrações no ICP-MS, sendo avaliados os desvios padrão relativos obtidos. Nas tabelas 5.10 e 5.11 estão expressos os valores obtidos para a avaliação da repetibilidade e na TABELA 5.12 os critérios de aceitação para a repetibilidade. Foram obtidos valores dentro dos critérios estabelecidos na faixa de concentração para cada nível analisado.

TABELA 5.10. Repetibilidade obtida para quatro níveis de concentração (mg L^{-1}) para os elementos determinados por MIP OES

Analito	Concentração adicionada		Concentração obtida					
	mg L^{-1}	Rep.1	Rep.2	Rep.3	Rep.4	Rep.5	Rep.6	DPR (%)
P	3	3,3	2,9	3,4	2,9	3,1	2,7	7,7
	5	5,6	5,6	5,7	5,8	5,4	5,4	2,7
	10	8,7	8,8	8,8	8,6	8,6	8,6	1,0
	30	29,4	28,2	30,7	30,0	30,2	30,2	2,7
Mg	3	3,2	3,2	3,2	3,3	3,1	3,3	2,3
	5	5,7	5,4	5,7	5,4	5,3	5,3	2,9
	10	9,1	9,4	9,4	9,4	9,4	9,4	1,5
	30	28,4	29,1	29,0	28,7	29,6	29,6	1,5
Ca	3	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	0,4
	5	5,6	5,6	5,6	5,6	5,7	5,7	0,4
	10	9,7	9,7	9,7	9,7	9,7	9,7	0,1
	30	29,4	29,3	29,6	29,6	29,9	29,9	0,7
K	3	2,4	2,4	2,4	2,3	2,4	2,5	2,8
	5	5,1	5,4	5,1	5,3	5,3	5,3	2,5
	10	6,2	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	0,7
	30	23,9	23,8	24,1	24,2	24,2	24,2	0,7

TABELA 5.11. Repetibilidade obtida para três níveis de concentração ($\mu\text{g L}^{-1}$) para os elementos determinados por ICP-MS

Analito	Concentração adicionada ($\mu\text{g L}^{-1}$)		Concentração obtida ($\mu\text{g L}^{-1}$)					
		Rep.1	Rep.2	Rep.3	Rep.4	Rep.5	Rep.6	DPR (%)
V	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6	0,5	0,5	3,6
	5	4,7	4,8	4,8	4,9	4,8	4,8	1,2
	20	18,7	18,9	18,6	18,9	18,7	19,1	1,0
Cr	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6	0,6	0,5	7,8
	5	4,6	4,8	5,0	4,8	4,8	4,7	2,4
	20	18,4	18,9	18,4	18,9	18,7	19,1	1,6

TABELA 5.11. Repetibilidade obtida para três níveis de concentração ($\mu\text{g L}^{-1}$) para os elementos determinados por ICP-MS (continuação)

Analito	Concentração adicionada ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Concentração obtida ($\mu\text{g L}^{-1}$)						DPR (%)
		Rep.1	Rep.2	Rep.3	Rep.4	Rep.5	Rep.6	
Fe	10	8,6	10,8	9,8	11,4	11,5	10,8	10,4
	20	18,2	18,0	18,8	19,1	17,4	18,1	3,3
	40	35,4	37,4	38,1	37,5	37,1	37,5	2,5
Mn	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6	3,7
	5	4,7	4,8	4,9	4,8	4,9	4,8	1,3
	20	18,7	18,8	18,5	18,8	18,6	19,2	1,2
Co	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	2,9
	5	4,6	4,6	4,8	4,7	4,7	4,7	1,3
	20	18,5	18,4	18,1	18,4	18,2	18,6	1,0
Ni	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	4,8
	5	4,5	4,5	4,8	4,6	4,7	4,6	2,4
	20	18,1	18,2	17,9	18,0	18,0	18,4	1,0
Cu	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6	0,5	0,6	9,7
	5	4,6	4,5	4,7	4,5	4,6	4,7	1,8
	20	17,7	17,7	17,3	17,7	17,5	17,8	1,0
Zn	10	9,4	9,2	10,5	9,4	10,3	9,9	5,6
	20	18,4	19,7	19,4	20,0	18,0	19,9	4,4
	40	38,5	38,3	36,8	38,4	36,7	39,5	2,9
As	3	2,9	3,1	3,1	3,3	3,2	3,4	4,6
	10	9,5	10,1	9,7	10,1	9,4	10,0	3,2
	20	20,0	19,5	18,8	19,7	19,1	19,9	2,3
Se	3	3,6	3,3	3,9	3,4	3,7	3,8	6,2
	10	10,4	9,9	10,4	10,2	9,9	10,4	2,5
	20	21,3	21,0	20,1	20,6	20,6	22,0	3,1
Sr	3	3,1	3,1	3,1	3,2	3,3	3,3	3,2
	10	9,8	10,1	10,0	10,1	9,7	9,8	1,8
	20	18,7	18,6	18,1	18,4	18,2	18,8	1,5
Mo	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,9
	5	4,5	4,4	4,5	4,6	4,5	4,5	1,0
	20	18,1	17,8	17,4	18,0	17,4	18,0	1,7

TABELA 5.11. Repetibilidade obtida para três níveis de concentração ($\mu\text{g L}^{-1}$) para os elementos determinados por ICP-MS (continuação)

Analito	Concentração adicionada ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Concentração obtida ($\mu\text{g L}^{-1}$)						DPR (%)
		Rep.1	Rep.2	Rep.3	Rep.4	Rep.5	Rep.6	
Cd	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	2,3
	5	4,6	4,6	4,8	4,7	4,7	4,7	1,3
	20	18,6	18,3	18,0	18,2	17,8	18,6	1,8
Hg	0,5	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	7,1
	5	5,0	4,8	4,9	4,8	4,8	4,7	2,2
	20	20,6	20,4	19,4	19,6	19,1	20,2	3,0
Pb	0,5	0,6	0,6	0,5	0,6	0,5	0,5	4,1
	5	4,7	4,7	4,7	4,6	4,6	4,6	1,3
	20	19,1	18,5	17,8	18,1	17,5	18,2	2,9

TABELA 5.12. Critério de aceitação para repetibilidade

Analito %	Fração de Massa (C)	Unidade	DPR, %
100	1	100%	1,3
10	10^{-1}	10%	1,9
1	10^{-2}	1%	2,7
0,1	10^{-3}	0,10%	3,7
0,01	10^{-4}	100 ppm (mg kg^{-1})	5,3
0,001	10^{-5}	10 ppm (mg kg^{-1})	7,3
0,0001	10^{-6}	1 ppm (mg kg^{-1})	11
0,00001	10^{-7}	100 ppb ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	15
0,000001	10^{-8}	10 ppb ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	21
0.0000001	10^{-9}	1 ppb ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	30

Fonte: AOAC, 2016

5.1.5 Seletividade

A avaliação do efeito de matriz permite identificar se o analito está sendo determinado corretamente e sem a interferência de outras substâncias presentes na amostra. A partir dessa avaliação pode-se dizer se um método é ou não seletivo para os analitos de interesse (INMETRO, 2020). A seletividade é a propriedade de

um sistema de medição segundo a qual o sistema fornece valores medidos para um ou vários mensurados, tais que os valores de cada mensurando sejam independentes uns dos outros ou de outras grandezas associadas ao fenômeno, corpo ou substância em estudo. Obtida para grandezas associadas a constituintes selecionados, em concentrações dentro de intervalos estabelecidos (VIM, 2012).

Realizou-se a comparação entre seis curvas preparadas com a adição dos analitos na matriz da amostra (material de referência tecido muscular de peixe (IPEN) e seis curvas preparadas sem a matriz. Para tal, as inclinações das mesmas foram comparadas por meio de teste t conforme descrito pelo , e os resultados obtidos podem ser visualizados nas tabelas 5.13 e 5.14. A partir dos resultados obtidos para o teste t que demonstraram para todos os níveis de concentrações não haver diferenças significativas, pois o valor calculado é menor que o tabelado, pode-se afirmar que a matriz não causa efeito em relação à precisão, não exercendo efeito no resultado da determinação dos elementos.

TABELA 5.13: Avaliação da seletividade do método para os elementos determinados por MIP OES

Analíto	Inclinação (solvente)	Inclinação (amostra)	g.l	t_{tabelado}	t_{calculado}
P	102,2	102,9	7,0	2,4	0,5
Mg	19783,3	19425,4	6,0	2,4	2,0
Ca	130233,7	129809,8	9,0	2,3	0,5
K	33912,4	27121,3	9,0	2,3	56,4

De acordo com os resultados obtidos, o protocolo estabelecido, referente às condições de preparo e determinação de amostras de pescado se apresentou adequado para as análises pretendidas. Sendo assim, o procedimento foi aplicado em amostras coletadas no Baixo Rio São Francisco, coletadas em diferentes épocas do ano (verão e inverno).

TABELA 5.14: Avaliação da seletividade do método para os elementos determinados por ICP MS

Analíto	Inclinação (Solvente)	Inclinação (Amostra)	g.l	T_{tabelado}	T_{calculado}
V	20197,9	20522,3	5,0	2,6	0,9
Cr	2545,9	2566,7	6,0	2,4	0,5
Fe	1017,4	1026,0	6,0	2,4	0,4
Mn	25490,6	25649,8	6,0	2,4	0,4
Co	39379,3	39326,2	5,0	2,6	0,1

TABELA 5.14: Avaliação da seletividade do método para os elementos determinados por ICP MS (continuação)

Analíto	Inclinação (Solvente)	Inclinação (Amostra)	g.l	T _{tabelado}	T _{calculado}
Ni	4749,9	4726,9	5,0	2,6	0,2
Cu	5512,0	5377,2	5,0	2,6	1,0
Zn	1554,2	1517,0	8,0	2,3	1,9
As	2535,7	2648,7	6,0	2,4	1,9
Se	171,3	181,9	7,0	2,4	1,8
Sr	24339,6	24234,6	6,0	2,4	0,2
Mo	4404,9	4343,4	6,0	2,4	0,6
Cd	6427,0	6292,3	7,0	2,4	1,2
Hg	3013,5	3147,7	8,0	2,3	2,3
Pb	14545,8	13943,5	9,0	2,3	2,2

5.2 Determinação de nutrientes e contaminantes em amostras de peixes do Rio São Francisco

O procedimento de preparo e determinação descrito e validado nos itens anteriores foi utilizado para a determinação dos analitos de interesse em 136 amostras de diferentes tipos de pescado provenientes do Baixo Rio São Francisco. Imediatamente após as coletas as amostras foram congeladas e encaminhadas para o Laboratório da Embrapa Tabuleiros Costeiros, localizado em Aracajú, SE, onde foram pré-tratadas, com as retiradas das vísceras e filetadas de acordo com procedimento previamente estabelecido (SILVA E NOGUEIRA, 2023), congeladas e encaminhadas para a Embrapa Pecuária Sudeste, localizada em São Carlos, SP, para liofilização, moagem e análise.

As amostras foram digeridas em triplicata, conforme procedimento descrito no item 4.4.2. Os teores de Ca, Mg, P, K, foram determinados por MIP OES e os teores de Fe, Zn, Cr, V, Ni, Cu, Co, Mn, Mo, Se, Sr, As, Cd, Hg e Pb por ICP-MS de acordo com as condições descritas. Os resultados expressos em base úmida são apresentados nas Tabelas 5.17 e 5.18 em anexo.

Para os elementos Pb, Ni, Mo, Cd, Co e V os teores obtidos estão abaixo do LOD, razão de não terem sido apresentados. Com os resultados obtidos foi gerado o SOM, com o objetivo de avaliar possível separação em função da sazonalidade, comparando as duas estações. O mapa do comportamento químico das amostras a partir do uso de desta ferramenta que faz uso de redes neurais com o objetivo de

reduzir a dimensionalidade dos dados é apresentado na FIGURA 5.1. O mapa foi gerado utilizando a ferramenta SOM Toolbox, versão 2.1 implementada no software MatLab (versão R2014a, MathWorks, Estados Unidos).

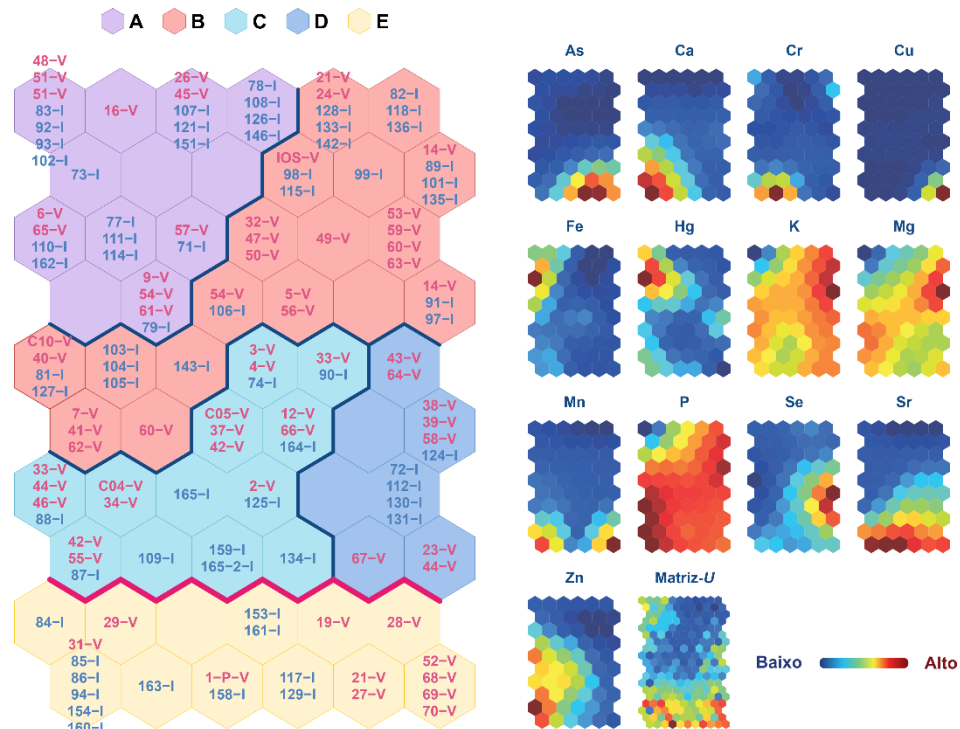


FIGURA 5.1: SOM gerada a partir das concentrações obtidas
Fonte: Elaborado pelo autor

A análise dos dados utilizando a rede neural auto-organizável (Self-Organizing Map – SOM) permitiu a identificação de padrões distintos na distribuição das amostras, agrupadas de acordo com as estações do ano (verão e inverno). Os resultados da rede SOM evidenciaram uma clara separação entre amostras coletadas no verão (V) e no inverno (I), indicando variações sazonais. Algumas células do mapa contêm amostras de ambas as estações, sugerindo sobreposição parcial de características químicas em determinadas condições ambientais.

Variações sazonais, podem influenciar diretamente a mineralogia local, e a dinâmica hídrica (ICMBio, 2024) e em consequência os teores absorvidos pelos organismos aquáticos. Os teores de Se, Fe e Sr podem estar diretamente relacionados a este fato. Da mesma forma, as frações de massa do Ca, K, Mg e P em determinadas regiões da rede SOM, especialmente em áreas associadas às

amostras de verão, podem estar relacionados a processos sazonais de lixiviação do solo e ao uso de fertilizantes agrícolas (Galvão et al., 2014)

As amostras próximas entre si possuem composições similares, e alguns elementos apresentaram padrões heterogêneos de distribuição, com regiões específicas exibindo teores mais elevados que outras, o que não implica que existam elevados teores de determinado elemento nas amostras, mas que essas amostras, em relação às demais, possuem uma quantidade superior. A análise por grupo é descrita a seguir:

As amostras localizadas no agrupamento A possuem níveis mais elevados de Fe e Hg, quando comparadas com as demais e níveis menores de todos os outros analitos. Há uma maior variedade de espécies nas amostras coletadas no inverno, estando as espécies Cumbá, Bagre, Tainha, Piau, Carapicu, Tucunaré, Robalo, Pacu, Pirambeba e Linguado inseridas nesse agrupamento, presentes de forma mais recorrente no inverno.

As amostras localizadas nos agrupamentos B e C possuem níveis elevados de K, Mg e P, níveis intermediários de Zn e baixos teores para os demais analitos. Nesses agrupamentos há o predomínio das amostras coletadas no verão, sendo as espécies Pacu, Baiacú, Traíra, Caranha, Tucunaré, Robalo, Pirambeba, Linguado, Tilápia, Xeréu, Cumbá, Piau, Carapicu, Piranha, Cará, Sarapó, Lambiá e Camarão aparecendo de forma mais recorrente na estação do inverno.

As amostras localizadas no agrupamento D possuem níveis elevados de Se, K, P e níveis intermediários de Mg. Os demais analitos apresentam baixos teores. Há o predomínio das amostras coletadas no verão, e as espécies Robalo, Carapeba, Piau e Piranha.

As amostras localizadas no agrupamento E possuem concentrações intermediárias de K e Mg, altas concentrações de P, Mn e Sr. As amostras coletadas no inverno apresentaram maiores concentrações de Ca, Cr e Zn, e as amostras coletadas no verão, As e Cu. Há um equilíbrio entre a quantidade de amostras de verão e inverno e as espécies que compõem os grupos também diferem entre si, sendo no verão mais frequentes as espécies Carapicu, Piau, Pilombeta, Sarapó, Tucunaré, Piranha, Robalo, Tilápia, Pirambeba e no inverno Piaba, Sarapó, Carapicu, Pescada, Tainha, Vermelha e Baiacu.

A umidade de todas as amostras analisadas foi determinada, estando entre 71% a 85% nas amostras coletadas no Verão e 71% a 95% nas amostras coletadas no inverno. Todas as amostras tiveram os valores determinados na base seca corrigidos pela umidade e expressos na base úmida. Os valores foram comparados com os Limites Máximos Tolerados (LMT) estabelecidos pela ANVISA (2022). Dentre os elementos aferidos os LMT podem ser visualizados na TABELA 5.15.

TABELA 5.15: Valores referentes ao Limites Máximos de Tolerância (LMT) em mg kg^{-1}

Categorias de Alimentos	As	Cd	Pb	Hg
Crustáceos	1	0,5	0,5	0,5
Molúscos bivalves	1	2	1,5	0,5
Molúscos cefalópodes	1	2	1	0,5
Peixes crus, congelados ou resfriados	1	0,05	0,3	0,5
Bonito, carapeba, enguia, tainha, jurel, imperador, cavala, sardinha, atum, linguado	-	0,1	-	-
Peixe espada e anchova	-	0,3	-	-
Malva	-	0,2	-	-
Sardinha enlatada	-	0,25	-	-
Peixes predadores	-	-	-	1

Fonte: ANVISA, 2022

As amostras analisadas nas duas estações apresentaram frações de massa inferiores aos LMT para os elementos Cd, Hg e Pb. Para o As, a maior parte das amostras apresentou teores inferiores aos LMTs, com exceção de 10 amostras no período do verão e 2 amostras no período do inverno. No entanto, de acordo com a literatura, o As está presente principalmente na forma de arsenobetaina em amostras de peixes, sendo esta a forma menos tóxica (TAO & BOLGER, 2014).

Os peixes do período do verão que apresentaram esses valores foram Carapicu (5 mg kg^{-1}), Cumbá (2 mg kg^{-1}), Piau Três Pintas (4 mg kg^{-1}), Piau Verdadeiro (2 mg kg^{-1}), Pilombeta (2 mg kg^{-1}), Pirambeba (1 mg kg^{-1}), Piranha (1 mg kg^{-1}), Piranha (1 mg kg^{-1}), Sarapó (2 mg kg^{-1}) e Tucunaré (2 mg kg^{-1}). No período do inverno, os peixes que apresentaram valores acima do LMT para o As foram Baiacu (4 mg kg^{-1}) e Baiacu (3 mg kg^{-1}).

Para os demais elementos, referentes às amostras coletadas no período do verão, foram encontrados valores nas seguintes faixas: Ca ($0,1$ a $3 \pm 0,4$ g kg⁻¹), K (1 a $8 \pm 0,9$ g kg⁻¹), Mg ($0,1$ a $0,6 \pm 0,1$ g kg⁻¹), P ($0,6$ a $5 \pm 0,6$ g kg⁻¹), Fe ($0,7$ a 15 ± 3 mg kg⁻¹), Zn ($0,9$ a 12 ± 2 mg kg⁻¹), Cr (≤ 1 mg kg⁻¹), Se (≤ 1 mg kg⁻¹), Sr ($\leq 5 \pm 1$ mg kg⁻¹), Mn ($0,1$ a $2 \pm 0,5$ mg kg⁻¹) e As ($0,1$ a $5 \pm 0,9$ mg kg⁻¹). O Cu apresentou frações de massa ≤ 1 mg kg⁻¹ para a maioria das amostras, exceto para três amostras de Robalo, Tilápia e Pirambeba, cujas concentrações ficaram entre 5 e 9 mg kg⁻¹. Nas TABELAS 5.17 e 5.19 (Anexo 1) são apresentadas as frações de massa referentes aos analitos discutidos anteriormente.

Em relação aos outros elementos determinados nas amostras coletadas no período de inverno, foram encontrados valores nas seguintes faixas de fração de massa: Ca ($0,1$ a $2 \pm 0,5$ g kg⁻¹), K (1 a $7 \pm 0,8$ g kg⁻¹), Mg ($0,2$ a $0,4 \pm 0,1$ g kg⁻¹), P ($0,5$ a $5 \pm 0,6$ g kg⁻¹), Fe ($\leq 10 \pm 2$ mg kg⁻¹), Zn ($\leq 20 \pm 3$ mg kg⁻¹), Cr (≤ 1 mg kg⁻¹), Se (≤ 1 mg kg⁻¹), Sr ($\leq 6 \pm 1$ mg kg⁻¹) Cu ($\leq 0,5$ mg kg⁻¹) Mn ($0,1$ a $3 \pm 0,4$ mg kg⁻¹) e As ($0,1$ a $4 \pm 0,6$ mg kg⁻¹). As TABELAS 5.18 e 5.20 contendo todas as frações de massa dos referidos elementos encontram-se no Anexo 1.

De acordo com os resultados obtidos, pode-se comprovar a importância nutricional dos pescados, os quais podem contribuir para a formulação de dietas que atendam às recomendações diárias de consumo, como no caso dos nutrientes citados na TABELA 5.16.

TABELA 5.16: Recomendação de consumo diária

Elemento	Homem adulto (mg/dia)	Mulher adulta (mg/dia)
Ca	1000	1000
Cu	0,9	0,9
Fe	8	18
P	700	700
Zn	11	8
K	3400	2600
V	1,8	1,8
Ni	1	1
Cr	0,035	0,025
Mn	2,3	1,8

Fonte: International Life Sciences Institute do Brasil (2023)

6 CONCLUSÃO

A digestão empregando ácido diluído foi eficiente no preparo das amostras, disponibilizando adequadamente os analitos em solução. O uso de um volume reduzido de ácido resultou uma menor diluição das amostras para adequação da acidez final aos teores suportados pelas técnicas empregadas na etapa de determinação.

Os cuidados envolvendo o preparo de amostra, tais como o emprego de ácido previamente purificado, aliado desmineralização de todas as vidrarias, minimizaram a contaminação durante o processo, o que resultou em baixos valores de brancos analíticos e limites de detecção e quantificação adequados.

Os demais parâmetros avaliados na etapa da validação (linearidade, seletividade, veracidade, precisão), foram adequados à determinação dos analitos dentro dos critérios estabelecidos pelos órgãos regulamentadores ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária) e INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia), com exceção da seletividade para o K, que indicou a influência da matriz na determinação do analito.

As amostras apresentaram concentrações de As, Cd, Pb e Hg inferiores aos limites máximos tolerados (LMT) estabelecidos pela ANVISA, com exceção de 12 amostras contendo concentrações superiores para o As. As análises realizadas evidenciaram o potencial nutritivo dos pescados demonstrando que por possuírem teores consideráveis de Ca, Fe, Zn, P, K e Mn, é um bom alimento a ser incluído na dieta para suprir as necessidades diárias destes minerais.

A análise empregando a rede neural SOM evidenciou a separação das amostras em função da sazonalidade com um grupo de maioria dos pescados coletados no inverno (com maiores concentrações de Fe e Hg em relação as demais amostras), e grupos com maioria de amostras coletadas no verão com maiores concentrações de Mg, P, K e Zn.

7 REFERÊNCIAS

- AGILENT TECHNOLOGIES. Espectrômetro de emissão atômica com plasma induzido por micro-ondas Agilent 4200. Agilent Technologies, 2015. Disponível em: www.agilent.com/chem/runsonair. Acesso em 27 de fev 2025
- AGILENT TECHNOLOGIES. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS). Disponível em: <https://www.agilent.com/en/product/atomic-spectroscopy/inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry-icp-ms>. Acesso em: 27 fev. 2025
- AKINNAWO, S. O. Eutrophication: Causes, consequences, physical, chemical and biological techniques for mitigation strategies. *Environmental Challenges*, v. 12, p. 100733, ago. 2023. DOI: 10.1016/j.envc.2023.100733.
- ALHAGRI, I. A.; ALBESHRY, M. Microwave-Assisted Digestion Using Dilute Nitric Acid and Hydrogen Peroxide for Multielement Determination in Wheat Flour by ICP-MS. *Journal of Chemistry*, v. 2023, n. 1, p. 2349838, 2023.
- ALSEHLI, B. R. M. Evaluation and Comparison between a Conventional Acid Digestion Method and a Microwave Digestion System for Heavy Metals Determination in Mentha Samples by ICP-MS. *Egyptian Journal of Chemistry*, v. 64, n. 2, p. 869-881, 2021.
- ALVARENGA, Matheus Bassetti. Validação de metodologias analíticas para a determinação de terras raras em amostras ambientais por ICP-MS. 2022. 101 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2022.
- AN, J. M.; HUR, S. H.; KIM, H.; LEE, J. H.; KIM, Y. K.; SIM, K. S.; LEE, J. H.; KIM, H. J. Determination of the geographical origin of chicken (breast and drumstick) using ICP-OES and ICP-MS: Chemometric analysis. *Food Chemistry*, v. 437, p. 137836, 2024.
- ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Instrução Normativa – IN nº 160, de 1º de julho de 2022. Estabelece os limites máximos tolerados (LMT) de contaminantes em alimentos. Brasília, 2022.
- ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº 166, de 24 de julho de 2017. Dispõe sobre a validação de métodos analíticos e dá outras providências. Brasília, 2017.
- AOAC International, Official methods of analysis of AOAC International, in Guidelines for Standard Method Performance Requirements (Appendix F). Gaithersburg: AOAC International, 2016
- ASA - ARTICULAÇÃO NO SEMIÁRIDO BRASILEIRO. Rio São Francisco: sua importância cultural, econômica e social estão sob ameaça. 6 out. 2015. Disponível em: <https://www.asabrasil.org.br/26-noticias/ultimas-noticias/9065-rio-sao-francisco-sua-importancia-cultural-economica-e-social-estao-sob-ameaca>. Acesso em: 4 fev. 2025.
- ASCOM UFAL; ASCOM LAPIS; BLOG LETRAS AMBIENTAIS. Pesquisa da Ufal mostra redução de 60% da vazão do Rio São Francisco. Notícias Ufal, 2024. Disponível em: <https://noticias.ufal.br/ufal/noticias/2024/8/pesquisa-da-ufal-mostra->

reducao-de-60-da-vazao-do-rio-sao-francisco. Acesso em: 26 fev. 2025. Acesso em: 4 fev. 2025.

ATKINSON, C. L.; CAPPS, K. A.; RUGENSKI, A. T.; VANNI, M. J. Consumer-driven nutrient dynamics in freshwater ecosystems: from individuals to ecosystems. *Biological Reviews*, [s.l.], v. 91, n. 3, , 2016. DOI: 10.1111/brv.12318.

BALARAM, V. *Microwave plasma atomic emission spectrometry (MP-AES) and its applications – A critical review*. *Microchemical Journal*, v. 159, p. 105483, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.microc.2020.105483>.

BALBINOT, L. et al. Classification of Antarctic algae by applying Kohonen neural network with 14 elements determined by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, v. 60, n. 5, p. 725-730, 2005.

Banco de Dados Hidrometeorológicos do Submédio São Francisco (BHSF).

EMBRAPA. Disponível em:

<http://www.cpatsa.embrapa.br:8080/bhsf/index.php?opcao=inicio>. Acesso em: 5 fev. 2025

BIANCHINI, A.; BASTOS, A. C.; TEIXEIRA, E. C.; CASTRO, E. V.; SANTOS, J. A. D. Manual de embarque: protocolo de amostragem em campo: programa de monitoramento da biodiversidade aquática da Área Ambiental I – porção capixaba do Rio Doce e região marinha e costeira adjacente. Vitória, 2019.

BIZZI, C. A.; FLORES, E. M. M.; BARIN, J. S.; GARCIA, E. E.; NÓBREGA, J. A. Understanding the process of microwave-assisted digestion combining diluted nitric acid and oxygen as auxiliary reagent. *Microchemical Journal*, v. 99, p. 193–196, 2011. DOI: 10.1016/j.microc.2011.05.002.

BRADEN, J. L.; KLARQUIST, E. F.; KELLOGG, J. A. Determination of elements in cereals, pseudocereals, and legumes by microwave plasma-atomic emission spectrometry. *Food Chemistry: X*, v. 24, p. 101844, 2024.

BRASIL. Presidência da República. Decreto nº 11.626, de 2 de agosto de 2023. Institui o Programa Povos da Pesca Artesanal. *Diário Oficial da União*: seção 1, Brasília, 2023.

CALIFORNIA ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Microwave Assisted Digestion. Environmental Chemistry Laboratory, Department of Toxic Substances Control. Rev. 3. Berkeley, 7 mar. 2022

CBHSF a - COMITÊ DA BACIA HIDROGRÁFICA DO RIO SÃO FRANCISCO. A Bacia. Disponível em: <https://cbhsaofrancisco.org.br/a-bacia/#regioes-hidrograficas>. Acesso em: 5 fev. 2025.

CBHSF b - COMITÊ DA BACIA HIDROGRÁFICA DO RIO SÃO FRANCISCO. As comunidades da bacia do Velho Chico. 27 jul. 2016. Disponível em: https://cbhsaofrancisco.org.br/noticias/cultura_blog/as-comunidades-da-bacia-velho-chico/. Acesso em: 4 fev. 2025.

CBHSF c - COMITÊ DA BACIA HIDROGRÁFICA DO RIO SÃO FRANCISCO. Rio São Francisco, 523 anos – 'Temos que celebrar, mas entender que cuidar dele é também uma responsabilidade de todos nós', afirma Presidente do CBHSF. 4 out. 2024. Disponível em: <https://cbhsaofrancisco.org.br/noticias/novidades/rio-sao->

francisco-523-anos-temos-que-celebrar-mas-entender-que-cuidar-dele-e-tambem-uma-responsabilidade-de-todos-nos-afirma-presidente-do-cbhsf/. Acesso em: 4 fev. 2025.

CHALYAVI, N., DOIDGE, P. S., MORRISON, R. J. S., & PARTRIDGE, G. B. Fundamental studies of an atmospheric-pressure microwave plasma sustained in nitrogen for atomic emission spectrometry. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 32(10), 1988–2002, 2017. doi:10.1039/c7ja00159b.

CHEN, L.; DING, M.; LI, Z.; LI, X.; DENG, L. Determination of macro, micro and toxic element concentrations in peanuts from main peanut producing areas of China by ICP-MS: a pilot study on the geographical characterization. *RSC advances*, v. 12, n. 26, p. 16790-16797, 2022.

DIAS, E. A. Determinação de Si e Y em amostras agronômicas por espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas. 2021. Dissertação. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2021.

DOS SANTOS, Ana Maria P. et al. Evaluation of minerals, toxic elements and bioactive compounds in rose petals (*Rosa spp.*) using chemometric tools and artificial neural networks. *Microchemical Journal*, v. 138, p. 98-108, 2018

DRVODELIC, N.; CAUDURO, J. Determination of metals in wine using the Agilent 4100 Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometer System. 2013. Diakses pada 27 November 2014. 2013.

DUCHENNE-MOUTIEN, R. A.; NEETOO, H. Climate change and emerging food safety issues: A review. *Journal of Food Protection*, v. 84, n. 11, p. 1884-1897, nov. 2021. DOI: 10.4315/JFP-21-141.

DUNNIVANT, F.; GINSBACH, J. Flame atomic absorbance and emission spectroscopy and inductively coupled spectrometry-mass spectrometry. Whitman College, 2009.

EMBRAPA. Informativo Comércio Exterior da Piscicultura. EXPORTAÇÕES DA PISCICULTURA BRASILEIRA CRESCERAM 138% EM 2024. Edição 20, janeiro de 2025. Embrapa Pesca e Aquicultura, Palmas, 2025.

EPA - ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY U.S.. Method 3015A: Microwave Assisted Acid Digestion of Aqueous Samples and Extracts. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Revision 1. Washington, D.C.: EPA, 2007.

FAO. Illuminating Hidden Harvests. The contributions of small-scale Fisheries to sustainable development. Food and Agriculture Organization of the United Nations. ISBN: 978-92-5-137682-9.364 p. Rome, 2023. Doi: <https://doi.org/10.4060/cc4576en> Acesso em: 4 jun. 2025.

FAO. The State of World Fisheries and Aquaculture 2024 – Blue Transformation in action. Food and Agriculture Organization of the United Nations. ISBN: 978-92-5-138763-4. 264p. Rome, 2024. Doi: <https://doi.org/10.4060/cd0683en> Acesso em: 4 jun. 2025.

Filipe, E.; Pellegrino, O.; Baratto, A. C.; de Oliveira, S. P.; & Mendoza, V. M. L. Vocabulário Internacional de Metrologia–Conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012).

GALVÃO, J. C. C.; MIRANDA, G. V.; TROGELLO, E.; FRITSHE-NETO, R. Sete décadas de evolução do sistema produtivo da cultura do milho. *Revista Ceres*, Viçosa, v. 61, Suplemento, p. 819-828, nov./dez. 2014. DOI: 10.1590/0034-737X201461000007

GARITA, J. A.; FIALHO, L. L.; OLIVEIRA, G. S. de; MARIA, R. M.; PIROLA, C.; FERREIRA, A. G.; NÓBREGA, J. A. Microwave-assisted acid digestion: evaluation of reaction vessel design and performance. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 32, n. 4, p. 702-711, 2021. DOI: 10.21577/0103-5053.20200222.

GONCALVES, D. A.; MCSWEENEY, T.; DONATI, G. L. Characteristics of a resonant iris microwave-induced nitrogen plasma. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, v. 31, n. 5, p. 1097–1104, 2016. DOI: 10.1039/c6ja00066e BOSS, Charles B.; FREDEEN, K. J. Concepts, instrumentation and techniques in inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Perkin-Elmer, Incorporated, 2004.

HABTE, G.; CHOI, J. Y.; NHO, E. Y.; OH, S. Y.; KHAN, N.; CHOI, H.; SU, K.; PARK, K.S. KIM, K. S. Determination of toxic heavy metal levels in commonly consumed species of shrimp and shellfish using ICP-MS/OES. *Food Science and Biotechnology*, v. 24, p. 373-378, 2015.

HAMPEL, D.; ISLAM, M. M.; SHAHAB-FERDOWS, S.; ALLEN, L. H. Human milk macro-and trace-elements: Simultaneous analysis in sub-milliliter amounts by ICP-MS and application to assessing acute supplementation effects. *Heliyon*, v. 10, n. 16, 2024.

ICMBio - Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade. Anais do XV Seminário de Pesquisa e XVI Encontro de Iniciação Científica do Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade: Biomas brasileiros: desafios de conservação frente às mudanças climáticas. Brasília: Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade – ICMBio, 2024. 223 p. ISSN 2237-6488.

INFO SÃO FRANCISCO. Bacia do Rio São Francisco. InfoSãoFrancisco. Disponível em: <https://infosaofrancisco.canoadetolda.org.br/bacia-do-rio-sao-francisco/>. Acesso em: 4 jun. 2025.

INMETRO – INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. Orientação sobre validação de métodos analíticos. DOQ-CGCRE-008, Rev. 09. Duque de Caxias: Inmetro, 2020.

ISLAM, M. A., AMIN, S. M. N., RAHMAN, M. A., JURAIMI, A. S., UDDIN, M. K., BROWN, C. L., & ARSHAD, A.. Chronic effects of organic pesticides on the aquatic environment and human health: A review. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 18, 100740, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2022.100740>

KADIM, M. K.; RISJANI, Y. Biomarker for monitoring heavy metal pollution in aquatic environment: An overview toward molecular perspectives. *Emerging Contaminants*, v. 8, p. 195-205, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.emcon.2022.02.003>. Acesso em: 26 fev. 2025.

KANRAR, B.; KUNDU, S.; KHAN, P.; JAIN, V. Elemental Profiling for Discrimination of Geographical Origin of Tea (*Camellia sinensis*) in north-east region of India by ICP-MS coupled with Chemometric techniques. *Food Chemistry Advances*, v. 1, p. 100073, 2022.

KARLSSON, S.; SJÖBERG, V.; OGAR, A. Comparison of MP AES and ICP-MS for analysis of principal and selected trace elements in nitric acid digests of sunflower (*Helianthus annuus*). *Talanta*, v. 135, p. 124-132, 2015.

KILIC, S.; SOYLAK, M. Determination of trace element contaminants in herbal teas using ICP-MS by different sample preparation method. *Journal of food science and technology*, v. 57, p. 927-933, 2020.

KOPRU, S.; CADIR, M.; SOYLAK, M. Investigation of trace elements in vegan foods by ICP-MS after microwave digestion. *Biological trace element research*, v. 200, n. 12, p. 5298-5306, 2022.

KRITTANAWONG, C.; ISATH, A.; HAHN, J.; WANG, Z.; NARASIMHAN, B.; KAPLIN, S. L.; JNEID, H.; VIRANI, S. S.; TANG, W.H. W. Fish Consumption and Cardiovascular Health: A Systematic Review. *The American Journal of Medicine*, v. 134, n. 6, p. 713-720, 2021. DOI: 10.1016/j.amjmed.2020.12.017.

KRUG, F.; ROCHA, F. R.(Ed.). Métodos de Preparo de Amostras para Análise Elementar. Capítulo 10: Preparo de amostras assistido por radiação micro-ondas, p. 301-359. 2. ed. São Paulo: EditSBQ - Sociedade Brasileira de Química, 2019.

KUMAR, M.; SINGH, S.; JAIN, A.; YADAV, S.; DUBEY, A.; TRIVEDI, S. P. A review on heavy metal-induced toxicity in fishes: Bioaccumulation, antioxidant defense system, histopathological manifestations, and transcriptional profiling of genes. *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*, v. 83, p. 127377, maio 2024. DOI: 10.1016/j.jtemb.2023.127377.

LEE, J.; PARK, Y. S.; LEE, H. J.; KOO, Y. E. Microwave-assisted digestion method using diluted nitric acid and hydrogen peroxide for the determination of major and minor elements in milk samples by ICP-OES and ICP-MS. *Food chemistry*, v. 373, p. 131483, 2022.

LEMOS, M. S.; CRUZ, A. S.; DANTAS, K. G. F. Sample preparation using TMAH and nitric acid for multielement determination in crustacean samples by MIP OES. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 32, p. 455-461, 2021.

LI, N., WU, X., ZHUANG, W., XIA, L., CHEN, Y., WU, C., RAO, Z., DU, L., ZHAO, R., YI, M., WAN, Q., & ZHOU, Y. Fish consumption and multiple health outcomes: Umbrella review. *Trends in Food Science & Technology*, 99, 273–283, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.02.033>.

Liberato, A. A., Silva, L. F., Lobo, P. H. P., Dias, F. C. F., & Guedes, V. R. (2017). INTOXICAÇÕES EXÓGENAS NA REGIÃO NORTE: ATUALIZAÇÃO CLÍNICA E EPIDEMIOLÓGICA. *Revista De Patologia Do Tocantins*, 4(2), 61–64. DOI: <https://doi.org/10.20873/uft.2446-6492.2017v4n2p61>. Acesso: 9 de junho de 2025

LIBERATO, C. G.; BARROS, J. A. V. A.; VIRGILIO, A.; MACHADO, R. C.; NOGUEIRA, A. D. A.; NÓBREGA, J. A.; SCHIAVO, D. Determination of macro and micronutrients in plants using the Agilent 4200 MP AES. *Appl. Note Food Agric*, p. 1-5, 2017.

LONGERICH, Henry P. Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS): a Personal Odyssey III. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, v. 27, p. 1181–1184, 2012. DOI: 10.1039/c2ja90023h

- MELLO, S. S. Na beira do rio tem uma cidade: urbanidade e valorização dos corpos d'água. 2008. Tese (Doutorado em Arquitetura e Urbanismo) – Faculdade de Arquitetura e Urbanismo, Universidade de Brasília, Brasília, 2008.
- MERTINS, H. L.; KOCHENBORGER, L.; LOVATO, G. A.; HERINGER, T. A.; ARRUDA, A. C.; HORN, R. C. Ação do arsênio no organismo e suas consequências: Uma revisão bibliográfica. Unicruz, 2019.
- MOHAMED, R.; ZAINUDIN, B. H.; YAAKOB, A. S. Method validation and determination of heavy metals in cocoa beans and cocoa products by microwave assisted digestion technique with inductively coupled plasma mass spectrometry. *Food chemistry*, v. 303, p. 125392, 2020.
- MOHANTY, B. P.; MAHANTY, A.; GANGULY, S.; MITRA, T.; KARUNAKARAN, D.; ANANDAN, R. Nutritional composition of food fishes and their importance in providing food and nutritional security. *Food Chemistry*, v. 293, p. 561-570, 30 set, 2019. DOI:10.1016/j.foodchem.2017.11.039.
- MOREIRA, L. S.; COSTA, F. S.; MACHADO, R. C.; NOGUEIRA, A. R. A.; GONZALEZ, M. H.; SILVA, E. G. P. da; AMARAL, C. D. B. Self-organizing map applied to the choice of internal standards for the determination of Cd, Pb, Sn, and platinum group elements by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Talanta*, v. 233, 2021, p. 122534. ISSN 0039-9140. DOI: 10.1016/j.talanta.2021.122534.
- MPA. Programa Povos da Pesca Artesanal. Ministério da Pesca e Aquicultura. Brasília, 2024. Disponível em: <https://www.gov.br/mpa/pt-br/assuntos/pesca/programa-povos-da-pesca-artesanal> . Acesso em: 4 jun. 2025.
- OLIVEIRA, F. L.; GONÇALVES, M. R.; MACHADO, A. D.; CARVALHO, A. M. Alimentação e Nutrição: interface das políticas públicas do Sistema Único de Saúde (SUS) e de Segurança Alimentar e Nutricional para a Agenda 2030. *Interface (Botucatu)*, v. 29, e240052, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1590/interface.2400052>. Acesso em: 6 jun. 2025.
- ONU. Transforming our world: the 2030 Agenda for Sustainable Development. ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. New York , 2015. Disponível em: <https://sdgs.un.org/2030agenda>. Acesso em: 4 jun. 2025.
- ONYANGO, J.; VAN BRUGGEN, J. J. A.; KITAKA, N.; SIMAIKA, J.; IRVINE, K.. Effects of combined nutrient and pesticide exposure on algal biomass, and *Daphnia magna* abundance. *Environmental Systems Research*, v. 13, n. 1, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/s40068-023-00326-3>.
- OOST, R. van der; BEYER, J.; VERMEULEN, N. P. E. Fish bioaccumulation and biomarkers in environmental risk assessment: a review. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, v. 13, p. 57-149, 2003.
- OZBEK, N.; AKMAN, S. Microwave plasma atomic emission spectrometric determination of Ca, K and Mg in various cheese varieties. *Food Chemistry*, v. 192, p. 295-298, 2016.
- OZBEK, N.; TINAS, H.; ATESPARE, A. E. A procedure for the determination of trace metals in rice varieties using microwave induced plasma atomic emission spectrometry. *Microchemical Journal*, v. 144, p. 474-478, 2019.

PASHOAL, A. D. História da Agricultura: Cinco Séculos de Agricultura no Brasil. FUNDAÇÃO DE ESTUDOS AGRÁRIOS LUIZ DE QUEIROZ – FEALQ. Piracicaba, 2024

PHILLIPS, G.; TEIXEIRA, H.; KELLY, M. G.; HERRERO, Fuensanta S.; VÁRBÍRÓ, G.; SOLHEIM, A. L.; KOLADA, A.; FREE, G.; POIKANE, S. Setting nutrient boundaries to protect aquatic communities: The importance of comparing observed and predicted classifications using measures derived from a confusion matrix. *Science of the Total Environment*, v. 912, p. 168872, 2024. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2023.168872.

REBELATTO, I. da S.; LINTZMAIA, D. J. H.; RITTER, D. O.; LANZARIN, M.; FARIA, R. A. P. G. de; CHITARRA, G. S. Composição química e valor nutricional do pescado. Capítulo 4, p. 50-66. IFMT, 2022. DOI: 10.37885/220408711.

REBELLATO, I. S.; LINTZMAIA, D. J. H.; RITTER, D. O.; LANZARIN, M.; FARIA, R. A. P. G.; CHITARRA, G. S. Composição química e valor nutricional do pescado. In: Engenharia de Pesca: aspectos teóricos e práticos. Vitória: Editora Científica Digital, 2022. v. 4. ISBN 978-65-5360-136-9. DOI: 10.37885/220408711

RÍOS, S. E. G.; PEÑUELA, G. A.; RAMÍREZ B. Claudia María. Method validation for the determination of mercury, cadmium, lead, arsenic, copper, iron, and zinc in fish through microwave-induced plasma optical emission spectrometry (MIP OES). *Food Analytical Methods*, v. 10, p. 3407-3414, 2017.

SÁ, I. P.; HIGUERA, J. M.; COSTA, V. C.; COSTA, J. A. S.; DA SILVA, C. M. P.; NOGUEIRA, A. R. A. Determination of trace elements in meat and fish samples by MIP OES using solid-phase extraction. *Food Analytical Methods*, v. 13, p. 238-248, 2020.

SÁ, L.G. de; AZEVEDO, A.M.; ALBUQUERQUE, C.J.B.; VALADARES, N.R.; BRITO, O.G.; FERNANDES, A.C.G.; ASPIAZÚ, I. Kohonen's self-organizing maps for the study of genetic dissimilarity among soybean cultivars and genotypes. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v.57, e02722, 2022. DOI: 10.1590/S1678-3921.pab2022.v57.02722

SAIDON, N. B.; SZABÓ, R.; BUDAI, P.; LEHEL, J. Trophic transfer and biomagnification potential of environmental contaminants (heavy metals) in aquatic ecosystems. *Environmental Pollution*, v. 340, p. 122815, 2024. DOI: 10.1016/j.envpol.2023.122815.

SANTOS, A. M. P.; SILVA, E. F. R.; SANTOS, W. N. e L.; SILVA, E. G. P.; DOS SANTOS, L. O.; SANTOS, B. R. da S.; SAUTHIER, M. C. da S.; DOS SANTOS, W. P. C. Evaluation of minerals, toxic elements and bioactive compounds in rose petals (*Rosa* spp.) using chemometric tools and artificial neural networks. *Microchemical Journal*, v. 138, p. 98–108, 2018. Doi: 10.1016/j.microc.2017.12.018

SANTOS, G. B. M.; FREITAS, L. A.; ZEIDAN, G. C. ESSENTIAL AND NON-ESSENTIAL ELEMENTS IN BIVALVE TISSUES COMMERCIALIZED IN THE SOUTH OF BAHIA. *Revista de Gestão Social e Ambiental*, v. 17, n. 5, p. 1-16, 2023.

SHEEHAN, A.; FUREY, A. Advanced review of the contributing factors for the Microwave Digestion of food matrices for trace elemental analysis. *Talanta Open*, v. 9, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.talo.2024.100309>.

- SHEMNSA, A.; ADANE, W. D.; TESSEMA, M.; TESFAYE, E.; TESFAYE, G. Simultaneous Determination of Mineral Nutrients and Toxic Metals in *M. stenopetala* from Southern Ethiopia: A Comparative Study of Three Cultivating Areas Using MP-AES. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, v. 2024, n. 1, p. 8981995, 2024.
- SHIMADZU. What is ICP-MS? Disponível em: <https://www.shimadzu.com/an/service-support/technical-support/inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry/overview/what-is-icp-ms.html>. Acesso em: 27 fev. 2025.
- SILVA, A. P. Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento - Pesca artesanal brasileira. Aspectos conceituais, históricos, institucionais e prospectivos. Embrapa Pesca e Aquicultura, Palmas, 2014.
- SILVA, B. B.; GONÇALVES, C. U. Pelos caminhos do Opará: a importância do rio São Francisco para a luta dos Pankararu no Sertão de Pernambuco. *Confins*, n. 53, 2021. Disponível em: <https://journals.openedition.org/confins/42897>. Acesso em: 5 fev. 2025. Doi: <https://doi.org/10.4000/confins.42897>
- SILVA, B. D.; CASTRO, A. E. de; BALBINO, M. V. M.; LUIZ FIA, F. R.; FIA, R.; FERREIRA, G. M. D. Efeito de agrotóxicos em fauna aquática no Brasil: Uma revisão baseada em dados científicos. Congresso Nacional de Meio Ambiente, Poços de Caldas, 2023.
- SILVA, C. A.; NOGUEIRA, A. R. A. Preparo e processamento de amostras de pescado para análise de elementos traço. Comunicado Técnico – EMBRAPA, 2022.
- SILVA, C. B.; VARGAS, M. A. M. Travessias e itinerários que fazem o “ser” ribeirinho sertanejo no baixo Rio São Francisco. *Geosul*, Florianópolis, v. 35, n. 74, p. 375-394, jan./abr. 2020. Disponível em: <http://doi.org/10.5007/1982-5153.2020v35n74p375>. Acesso em: 5 fev. 2025.
- SILVA, M. H. L.; DE CASTRO, A. C. L.; DA SILVA, I. S.; CABRAL, P. F. P.; DE JESUS A. J. W.; SOARES, L. S.; BANDEIRA, A. M.; BASSO, M. J. NUNES, J. L. S. Determination of metals in estuarine fishes in a metropolitan region of the coastal zone of the Brazilian Amazon. *Marine Pollution Bulletin*, v. 186, p. 114477, 2023.
- SILVA, S. A. Determinação de metais em peixes por MIP OES com sistema MSIS. 2018. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pelotas.
- SILVA, S. A.; BONEMANN, D. H.; SILVA, J. D. S. D.; TIMM, J. G.; RIBEIRO, A. S.; VIEIRA, M. A. Determinação de metais em peixes e camarão-rosa (*Farfantepenaeus paulensis*) do estuário da Lagoa dos Patos (Pelotas-RS, Brasil) por MIP OES. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 22, p. e2018049, 2019.
- SILVA, S. A.; BONEMANN, D. H.; SILVA, J. D. S. D.; TIMM, J. G.; RIBEIRO, A. S.; VIEIRA, M. A. Determinação de metais em peixes e camarão-rosa (*Farfantepenaeus paulensis*) do estuário da Lagoa dos Patos (Pelotas-RS, Brasil) por MIP OES. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 22, p. e2018049, 2019.
- SILVA, S. C.; OLIVEIRA, L. P.; POMPÊO, M.; VIEIRA, L. J. S.; FIGUEIRA, R. C. L. O mercúrio na Amazônia brasileira: conjuntura e perspectivas de estudos. In: POMPÊO, M.; MOSCHINI-CARLOS, V.; LÓPEZ-DOVAL, J. C. (Org.). Aspectos da ecotoxicidade em ambientes aquáticos. 2022. Cap. 13, p. 208-213. Instituto de Biociências — IB/USP, Universidade de São Paulo

SILVA, T. S.; CONTE, C.; SANTOS, J. O.; SIMAS, E. S.; FREITAS, S. C.; RAICES, R. L. S.; QUITÉRIO, S. L. Spectrometric method for determination of inorganic contaminants (arsenic, cadmium, lead and mercury) in Smooth weakfish fish. *LWT-Food Science and Technology*, v. 76, p. 87-94, 2017.

SOARES, E. C.; SILVA, J. V.; NAVAS, R. O Rio São Francisco, o baixo curso e as expedições científicas. O Baixo São Francisco: características ambientais e sociais. Maceió, Alagoas, Edufal, 2020.

SOARES, E. C.; SILVA, J. V.; SILVA, T. J. O Baixo São Francisco: características ambientais e sociais. Maceió: Edufal, 2022. v. 2. ISBN 978-65-5624-111-1.

SOUZA, S. O. ESTRATÉGIAS ANALÍTICAS UTILIZANDO FERRAMENTAS QUIMIOMÉTRICAS PARA ANÁLISE DE ALIMENTOS DE CONSUMO HUMANO E DE ANIMAIS EMPREGANDO TÉCNICAS ESPECTROMÉTRICAS. Tese de doutorado. UFBA, Salvador, 2019.

TAO, S.S. H.; BOLGER, P.M. Toxic Metals: Arsenic, Encyclopedia of Food Safety, Academic Press, 2014, Pages 342-345, ISBN 9780123786135, DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-378612-8.00201-8>.

UNITED NATIONS. Transforming our world: the 2030 Agenda for Sustainable Development. 2015. Disponível em: <https://sdgs.un.org/2030agenda>. Acesso em: 6 jun. 2025.

VARBANOVA, E.; STEFANOVA, V. A comparative study of inductively coupled plasma optical emission spectrometry and microwave plasma atomic emission spectrometry for the direct determination of lanthanides in water and environmental samples. *Ecology & Safety*, v. 9, 2015.

VARRÀ, M. O.; GHIDINI, S.; HUSÁKOVÁ, L.; IANIERI, A.; ZANARDI, E. Advances in troubleshooting fish and seafood authentication by inorganic elemental composition. *Foods*, v. 10, n. 2, p. 270, 2021.

VESANTO, Juha; ALHONIEMI, Esa. Agrupamento do mapa auto-organizado. *IEEE Transactions on neural networks*, v. 11, n. 3, p. 586-600, 2000.

VIANA, A. B.; PAPPIS, C.; PEREIRA, C. K.; DRESSLER, V. L. A miniaturized flow batch chemical vapor generation system for Hg determination in fish by ICP-MS. *Talanta*, v. 279, p. 126600, 2024.

VIM - VOCABULÁRIO INTERNACIONAL DE METROLOGIA – Conceitos básicos e gerais e termos associados. 3. ed. Sèvres: Joint Committee for Guides in Metrology, 2012. DOI: <https://www.bipm.org/en/doi/10.59161/JCGM200-2012>. Acesso: Acesso: 9 de junho de 2025

WILSCHEFSKI, S. C.; BAXTER, M. R. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry: Introduction to Analytical Aspects. *The Clinical Biochemist Reviews / Australian Association of Clinical Biochemists*, v. 40, n. 3, p. 115-133, ago. 2019. DOI: 10.33176/AACB-19-00024.

8 ANEXOS

A) Frações de massa referentes ao verão.

TABELA 5.17: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do verão expressos na base úmida

Espécie	Hábito alimentar	Verão										
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Se	Mn	As	Sr
		g kg ⁻¹				mg kg ⁻¹						
Bagre	Carnívoro	0,1	2,5	0,1	1,4	5,5	3,7	0,2	0,2	0,1	0,3	0,4
Camarão	Carnívoro	1,1	3,8	0,4	2,8	5,6	9,8	0,2	0,2	0,3	0,1	1,5
Camarão	Carnívoro	0,6	3,4	0,3	2,4	5,1	9,7	0,2	0,3	0,2	0,3	1,0
Camarão	Carnívoro	0,5	3,1	0,3	2,3	9,0	9,7	0,2	0,0	0,6	0,1	1,1
Cará boi	Carnívoro	0,0	4,3	0,3	2,2	0,9	3,1	0,3	0,1	0,8	0,1	0,8
Carapicu	Onívoro	0,6	4,5	0,3	2,7	1,8	6,9	0,3	0,0	0,5	0,1	0,5
Carapicu	Onívoro	0,0	4,4	0,3	2,6	1,3	4,9	0,3	0,1	0,3	0,2	0,5
Carapicu	Onívoro	0,4	4,3	0,3	2,4	2,9	5,9	0,2	0,3	0,8	4,9	2,2
Carapicu	Onívoro	0,2	3,8	0,3	2,1	2,9	5,9	0,2	0,2	0,1	0,2	0,4
Carapicu	Onívoro	0,0	3,9	0,2	2,0	1,6	5,9	0,2	0,2	1,2	1,1	2,6
Cumbá	Onívoro	0,5	3,5	0,3	2,1	5,8	5,4	0,1	0,2	0,4	2,1	1,1
Cumbá	Onívoro	0,0	2,6	0,1	1,4	4,4	5,5	0,3	0,1	0,2	0,2	0,1
Cumbá	Onívoro	0,1	2,6	0,2	1,5	4,0	4,5	0,2	0,2	0,3	0,1	1,7
Cumbá	Onívoro	0,0	2,7	0,2	1,4	6,0	4,6	0,2	0,3	0,1	0,1	0,6
Olho de boi	Carnívoro	0,2	4,1	0,3	2,3	2,7	2,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2
Pacu Cd	Onívoro	0,3	4,7	0,3	2,5	4,2	4,0	0,2	0,3	0,3	0,2	0,6
Pacu Cd	Onívoro	0,4	4,8	0,3	2,6	4,1	3,9	0,2	0,2	0,2	0,2	0,5
Pacu Cd	Onívoro	0,3	3,1	0,2	1,7	3,9	3,0	0,5	0,0	0,5	0,1	0,4
Pacu Cd	Onívoro	0,3	3,7	0,2	1,9	3,7	2,8	0,1	0,1	0,1	0,1	0,8

TABELA 5.17: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do verão expressos na base úmida (continuação)

		Verão										
Espécie	Hábito alimentar	Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Se	Mn	As	Sr
		g kg ⁻¹				mg kg ⁻¹						
Pacu Cd	Onívoro	0,4	3,6	0,3	1,8	5,3	2,3	0,1	0,2	0,5	0,0	1,6
Piau branco	Onívoro	0,3	4,4	0,4	2,3	2,6	3,2	0,2	0,2	0,6	0,0	1,0
Piau branco	Onívoro	0,1	1,0	0,1	0,6	1,0	0,9	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2
Piau branco	Onívoro	0,2	1,0	0,1	0,6	0,7	1,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,2
Piau branco	Onívoro	0,5	3,8	0,3	2,1	2,4	3,4	0,3	0,1	0,6	0,1	0,3
Piau branco	Onívoro	0,7	3,5	0,3	2,1	2,6	3,1	0,4	0,0	0,3	0,1	0,4
Piau branco	Onívoro	0,6	3,4	0,3	2,1	1,7	2,5	0,2	0,3	0,1	0,1	0,2
Piau preto	Onívoro	0,4	3,9	0,3	2,2	2,6	5,9	0,2	0,1	0,4	0,1	1,3
Piau preto	Onívoro	0,4	4,3	0,3	2,4	2,4	3,6	0,3	0,4	0,5	0,1	1,3
Piau três pintas	Onívoro	0,5	4,1	0,3	2,3	3,3	5,2	0,2	0,2	0,3	0,2	1,2
Piau três pintas	Onívoro	2,8	8,0	0,6	5,4	10,9	12,3	0,3	0,5	2,3	3,7	4,6
Piau três pintas	Onívoro	0,6	4,2	0,4	2,3	1,9	4,0	0,2	0,1	0,6	0,0	1,4
Piau três pintas	Onívoro	0,3	3,6	0,3	2,0	3,9	3,7	0,2	0,1	0,4	0,0	0,8
Piau três pintas	Onívoro	1,1	3,8	0,4	2,4	2,9	5,1	0,2	0,6	0,5	0,1	1,1
Piau três pintas	Onívoro	0,3	3,2	0,3	1,8	15,3	3,4	0,2	0,1	0,3	0,2	0,5
Piau verdadeiro	Onívoro	0,0	3,6	0,3	2,1	3,3	5,1	0,2	-	0,6	0,0	1,8
Piau verdadeiro	Onívoro	0,0	5,8	0,4	3,5	5,0	9,2	0,7	0,3	0,6	0,2	1,5
Piau verdadeiro	Onívoro	0,5	4,0	0,3	2,3	1,5	3,4	0,1	0,2	0,1	0,1	1,6
Piau verdadeiro	Onívoro	0,9	3,8	0,3	2,3	2,8	4,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Piau verdadeiro	Onívoro	0,3	3,4	0,3	2,0	1,9	3,3	0,2	0,4	0,3	1,6	1,1
Pilombeta	Onívoro	1,6	3,5	0,3	2,7	3,4	8,2	0,4	0,2	0,4	2,2	3,5
Pirambeba	Carnívoro	0,3	3,7	0,3	2,0	6,4	3,2	0,2	0,2	0,3	0,2	1,4

TABELA 5.17: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do verão expressos na base úmida (continuação)

		Verão										
Espécie	Hábito alimentar	Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Se	Mn	As	Sr
		g kg ⁻¹				mg kg ⁻¹						
Pirambeba	Carnívoro	0,0	3,6	0,3	2,1	2,1	4,1	0,2	0,0	0,3	0,2	0,5
Pirambeba	Carnívoro	0,8	4,1	0,3	2,2	1,0	2,0	9,2	0,2	2,4	1,1	1,8
Pirambeba	Carnívoro	0,2	-	0,2	1,7	2,1	3,7	0,2	0,1	0,1	0,1	0,5
Piranha	Carnívoro	0,0	4,2	0,2	2,2	2,9	3,5	0,2	-	0,3	0,0	0,7
Piranha	Carnívoro	0,2	4,1	0,2	2,1	2,2	3,3	0,2	0,2	2,4	1,2	3,9
Piranha	Carnívoro	0,3	4,3	0,3	2,2	1,3	3,4	0,3	0,2	0,6	0,0	0,6
Piranha	Carnívoro	0,5	4,1	0,3	2,2	0,8	3,6	0,1	0,3	0,0	1,4	1,1
Piranha	Carnívoro	0,4	4,0	0,3	2,0	1,5	2,9	0,1	0,1	0,1	0,1	0,7
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,2	3,6	0,2	1,7	2,7	4,2	0,2	0,2	1,3	0,1	1,3
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,1	3,2	0,2	1,6	1,6	3,7	0,1	0,2	0,1	0,3	0,3
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,2	2,9	0,2	1,5	3,3	3,8	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,4	3,3	0,2	1,7	1,9	3,3	0,2	0,4	0,3	0,1	1,0
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,1	3,5	0,3	1,6	1,8	3,8	5,4	0,1	1,0	0,4	2,8
Sarapó	Onívoro	0,6	3,2	0,2	1,8	1,5	3,0	0,1	0,2	1,2	1,8	2,6
Sarapó	Onívoro	1,7	2,8	0,3	2,1	1,6	5,7	0,2	0,1	0,3	0,0	0,5
Sarapó	Onívoro	0,9	3,3	0,3	2,0	1,6	3,2	0,2	0,1	0,4	0,1	0,5
Sarapó	Onívoro	0,6	3,5	0,2	1,9	0,9	2,7	0,1	0,2	0,2	0,1	1,3
Sarapó	Onívoro	0,9	2,8	0,2	1,8	1,5	3,8	0,2	0,1	0,4	0,2	0,7
Tainha	Detritívoro	0,7	4,6	0,3	2,9	10,1	3,8	0,4	0,1	0,6	0,1	0,5
Tilápia	Onívoro	0,0	3,4	0,2	1,7	2,9	3,2	0,1	0,2	0,3	0,1	1,0
Tilápia	Onívoro	0,2	3,1	0,3	1,5	5,0	2,6	5,1	0,1	0,8	0,4	1,9
Traíra	Carnívoro	0,5	3,1	0,2	1,8	3,7	8,3	0,1	0,0	0,3	0,0	1,1
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	0,4	4,0	0,3	2,3	3,1	6,4	0,5	0,1	0,2	0,7	2,2
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	0,3	4,3	0,3	2,4	1,5	6,9	0,2	0,2	0,3	0,2	1,2

Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	0,0	3,7	0,2	1,8	1,6	5,2	0,1	0,2	0,8	2,0	2,1
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	0,4	3,7	0,2	1,9	1,4	4,6	0,1	0,1	0,2	0,2	0,4
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	0,6	3,8	0,3	2,0	3,0	5,0	0,1	0,1	0,2	0,0	0,3
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	0,2	3,5	0,3	1,7	2,6	5,6	0,1	0,1	0,8	0,1	1,0

B) Frações de massa referentes ao Inverno

TABELA 5.18: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base úmida

Nome comum	Hábito alimentar	Inverno										
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Se	Mn	As	Sr
		g kg ⁻¹				mg kg ⁻¹						
Bagre	Onívoro	0,1	4,3	0,2	1,9	2,7	4,7	0,1	0,0	0,2	0,5	0,1
Bagre	Onívoro	0,1	4,1	0,3	1,9	2,5	5,2	0,1	0,1	0,1	0,7	0,3
Bagre	Onívoro	0,2	3,9	0,2	1,9	10,1	3,4	0,1	0,1	0,2	0,5	0,3
Bagre	Onívoro	0,1	4,7	0,2	2,8	4,7	4,6	0,1	0,0	0,1	0,3	0,0
Bagre	Onívoro	0,4	3,4	0,2	1,6	6,8	9,4	0,2	0,1	0,3	0,6	2,0
Baiacú	Carnívoro	0,1	4,3	0,2	2,2	1,1	4,2	0,0	0,1	0,1	3,9	0,0
Baiacú	Carnívoro	0,0	4,5	0,3	2,4	2,7	8,1	0,1	0,1	0,1	0,9	0,0
Baiacú	Carnívoro	0,0	4,2	0,2	2,1	1,9	5,1	0,0	0,1	0,1	3,0	0,0
Baiacú pintinha	Carnívoro	0,1	5,0	0,3	2,4	2,0	8,9	0,0	0,2	0,0	0,1	0,0
Baiacú pintinha	Carnívoro	0,2	2,7	0,2	1,3	2,4	8,1	0,0	0,2	0,6	0,1	2,1
Baiacú pintinha	Carnívoro	0,1	3,8	0,2	1,9	1,6	5,4	0,0	0,2	0,0	0,2	0,0
Caranha	Carnívoro	0,3	4,2	0,3	2,2	1,8	3,3	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2
Caranha	Carnívoro	0,7	4,3	0,3	2,4	2,2	5,2	0,1	0,2	0,2	0,3	1,2
Carapeba	Onívoro	0,7	4,0	0,3	2,0	6,8	4,6	0,1	0,4	0,4	0,3	2,3
Carapeba	Onívoro	0,1	4,0	0,2	2,1	2,0	6,6	0,1	0,4	0,1	0,2	0,0
Carapeba	Onívoro	0,6	3,0	0,2	1,6	1,0	3,3	0,0	0,4	0,5	0,1	1,6
Carapicu	Onívoro	0,4	4,1	0,3	2,3	3,6	5,3	0,1	0,2	0,3	0,2	0,0
Carapicu	Onívoro	1,0	3,7	0,3	2,2	3,9	6,5	0,1	0,2	0,4	0,1	1,1
Carapicu	Onívoro	2,3	3,7	0,3	2,6	2,4	8,9	0,1	0,2	0,5	0,3	5,1
Carapicu	Onívoro	0,6	4,0	0,2	2,1	3,3	6,1	0,1	0,3	0,2	0,5	1,3
Carapicu	Onívoro	0,7	3,4	0,2	1,8	2,2	6,7	0,1	0,2	0,2	0,3	1,6
Cumbá	Onívoro	0,4	4,5	0,3	2,4	5,8	5,7	0,1	0,0	0,3	0,0	0,2

TABELA 5.18: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base úmida (continuação)

Nome comum	Hábito alimentar	Inverno										
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Se	Mn	As	Sr
		g kg ⁻¹				mg kg ⁻¹						
Cumbá	Onívoro	0,1	4,8	0,3	2,3	4,2	5,4	0,2	0,1	0,4	0,1	0,0
Cumbá	Onívoro	0,2	3,9	0,2	1,8	3,4	3,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0
Lambiá	Onívoro	0,7	3,8	0,3	2,2	4,6	6,8	0,1	0,2	0,3	0,4	0,3
Linguado	-	0,4	3,8	0,2	2,0	1,7	3,6	0,0	0,2	0,1	0,4	0,3
Linguado	-	0,3	3,7	0,3	1,8	3,5	4,0	0,1	0,2	0,1	0,3	0,1
Linguado	-	0,3	3,2	0,2	1,6	1,6	4,3	0,1	0,2	0,1	0,3	0,1
Pacu Cd	Onívoro	0,5	4,4	0,3	2,3	9,0	7,3	0,2	0,0	0,8	0,1	0,2
Pacu Cd	Onívoro	0,4	4,2	0,3	1,4	1,9	1,3	0,1	0,1	0,4	0,1	0,0
Pescada	-	1,6	3,7	0,2	2,6	6,1	4,8	0,3	0,2	0,5	1,5	2,5
Piaba facão	-	2,3	3,5	0,2	2,5	5,4	7,8	0,2	0,2	1,8	0,5	3,3
Piaba verde	Onívoro	1,9	3,6	0,3	2,5	4,9	20,4	0,2	0,1	0,7	0,1	2,2
Piau branco	Onívoro	0,4	4,2	0,3	2,4	1,7	3,6	0,1	0,3	0,2	0,1	0,0
Piau branco	Onívoro	0,4	4,2	0,3	1,5	3,3	4,9	0,1	0,3	0,4	0,0	0,0
Piau branco	Onívoro	1,1	4,2	0,3	2,4	3,0	5,6	0,1	0,3	0,7	0,1	0,4
Piau preto	Onívoro	0,4	2,6	0,2	1,4	2,0	3,3	0,0	0,2	0,1	0,1	0,0
Piau três pintas	Onívoro	0,7	4,5	0,3	2,8	7,2	6,1	0,2	0,3	0,3	0,0	0,3
Pirambeba	Carnívoro	0,5	4,9	0,4	2,7	3,7	5,1	0,2	0,1	0,2	0,0	0,5
Pirambeba	Carnívoro	0,4	4,3	0,3	2,2	0,3	1,3	0,1	0,1	0,1	0,0	0,2
Pirambeba	Carnívoro	0,4	4,7	0,3	2,4	2,0	3,8	0,1	0,1	0,2	0,2	0,5
Piranha	Carnívoro	0,4	3,9	0,3	1,3	2,1	3,9	0,3	0,1	0,3	0,3	1,1
Robalo	Carnívoro	0,1	4,0	0,3	2,1	0,7	0,4	0,0	0,1	0,1	0,0	0,6
Robalo	Carnívoro	0,5	4,1	0,3	2,1	1,9	0,8	0,1	0,4	0,3	1,2	1,8
Robalo	Carnívoro	0,8	3,4	0,3	1,8	2,6	4,5	0,1	0,1	0,2	0,3	0,8
Robalo	Carnívoro	0,5	4,1	0,3	2,2	3,4	3,4	0,0	0,1	0,1	0,2	0,9

TABELA 5.18: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base úmida (continuação)

Nome comum	Hábito alimentar	Inverno										
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Se	Mn	As	Sr
		g kg ⁻¹				mg kg ⁻¹						
Robalo	Carnívoro	0,3	4,0	0,3	2,0	2,7	3,6	0,1	0,2	0,1	0,2	0,9
Robalo	Carnívoro	0,5	3,8	0,3	2,0	0,6	2,7	0,0	0,1	0,2	0,2	2,3
Robalo	Carnívoro	0,5	3,9	0,3	2,0	1,5	4,2	0,1	0,6	0,1	0,1	1,5
Sarapó	Carnívoro	1,7	3,1	0,3	2,0	4,7	4,1	0,1	0,2	0,6	0,2	3,9
Sarapó	Carnívoro	1,5	3,5	0,3	2,3	2,0	2,6	0,1	0,1	2,6	0,5	2,9
Sarapó	Carnívoro	0,9	3,8	0,3	1,9	5,1	4,2	0,1	0,1	1,2	0,5	1,7
Tainha	Planctívora	0,1	4,3	0,3	2,1	5,6	2,2	0,2	0,1	0,0	0,4	0,0
Tainha	Planctívora	0,3	1,3	0,3	0,5	6,0	3,0	0,3	0,1	0,1	0,5	0,5
Tainha	Planctívora	1,4	4,3	0,3	2,5	4,7	3,1	0,2	0,1	0,1	0,5	5,6
Tilápia	Onívoro	0,1	4,5	0,4	2,3	2,6	4,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0
Traíra	Carnívoro	0,6	7,2	0,3	5,4	2,2	7,8	0,1	0,2	0,8	0,4	0,4
Traíra	Carnívoro	0,6	2,6	0,3	1,2	2,1	6,3	0,0	0,1	0,5	0,3	0,1
Traíra	Carnívoro	0,7	2,5	0,3	1,3	2,4	5,3	0,0	0,1	0,4	0,2	0,0
Tucunaré amarelo	Carnívoro	0,5	4,6	0,3	2,3	1,5	9,0	0,1	0,2	0,2	0,1	0,9
Tucunaré amarelo	Carnívoro	0,3	4,1	0,3	2,0	5,0	7,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1
Vermelha	-	0,7	3,1	0,2	1,6	2,0	4,1	0,0	0,2	0,1	1,5	2,3
Vermelha	-	1,3	3,7	0,2	1,9	2,0	3,4	0,1	0,2	0,2	0,5	2,7
Vermelha	-	1,4	5,2	0,3	2,9	2,7	4,4	0,0	0,2	0,2	0,8	5,2
Xareu	Carnívoro	0,4	5,0	0,3	3,1	4,2	3,7	0,3	0,2	0,1	0,2	0,5
Xareu	Carnívoro	0,2	3,1	0,2	1,6	3,3	2,5	0,3	0,2	0,1	0,4	0,2
Vermelha		1,9	3,2	0,3	2,2	2,0	5,1	0,0	0,2	1,7	0,1	2,8

C) Frações de massa referentes ao verão.

TABELA 5.19: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca

Espécie	Hábito alimentar	Verão												
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cr	Cu	Se	Mn	As	Sr	Hg
		g Kg ⁻¹					mg kg ⁻¹							
Bagre	Carnívoro	0,45	14,6	0,8	8	32,6	22	<LOQ	0,9	1,1	0,7	1,7	2,5	<LOQ
Camarão	Carnívoro	4,8	17,3	1,7	12,7	25,5	44,8	0,49	0,9	0,9	1,4	0,4	6,7	<LOQ
Camarão	Carnívoro	3	16,3	1,5	11,7	24,3	46,5	<LOQ	1	1,3	0,9	1,5	4,9	<LOQ
Camarão	Carnívoro	2,6	16,6	1,5	12,3	47,9	51,4	<LOQ	0,9	<LOQ	3,3	0,6	6	<LOQ
Cará boi	Carnívoro	<LOQ	20,1	1,3	10,6	4,4	14,7	<LOQ	1,3	0,5	3,6	0,4	3,6	<LOQ
Carapicu	Onívoro	3,1	22,5	1,4	13,3	9,2	34,3	<LOQ	1,3	<LOQ	2,2	0,6	2,5	<LOQ
Carapicu	Onívoro	3,1	22,2	1,5	13	6,6	24,5	<LOQ	1,7	0,4	1,4	1,2	2,4	0,37
Carapicu	Onívoro	2	20,8	1,4	11,9	14	28,9	0,3	0,1	1,5	3,9	23,7	10,9	<LOQ
Carapicu	Onívoro	0,9	19,2	1,3	10,7	14	28,9	<LOQ	0,9	1,2	0,5	0,8	1,9	<LOQ
Carapicu	Onívoro	0,9	22,3	1,4	11,6	8,9	33,7	1,37	1	0,9	7	6	14,7	<LOQ
Cumbá	Onívoro	2,7	20,8	1,5	12,4	34,4	31,9	0,3	0,8	1	2	12,7	6,8	<LOQ
Cumbá	Onívoro	<LOQ	10,1	0,6	5,6	17,2	21,2	<LOQ	1,1	<LOQ	0,7	0,8	0,6	0,15
Cumbá	Onívoro	0,5	10,6	0,6	6	16,1	18,2	0,7	0,8	0,9	1,3	0,5	7	0,37
Cumbá	Onívoro	<LOQ	11,5	0,6	6,1	25,5	19,6	0,6	0,8	1,2	0,6	0,4	2,5	0,18
Olho de boi	Carnívoro	1	19,9	1,2	11	12,9	10,6	<LOQ	0,7	0,4	0,9	0,9	1	<LOQ
Pacu Cd	Onívoro	1,4	23,5	1,6	12,4	20,9	19,9	<LOQ	0,9	1,4	1,5	1,2	3,2	<LOQ
Pacu Cd	Onívoro	1,7	22,4	1,5	12	18,8	18,1	<LOQ	0,8	0,7	0,8	0,9	2,2	<LOQ
Pacu Cd	Onívoro	1,4	17,1	1,1	9,3	21,7	16,5	<LOQ	2,6	<LOQ	2,8	0,5	2,4	<LOQ
Pacu Cd	Onívoro	1,5	20,9	1,3	10,9	20,9	15,8	<LOQ	0,8	0,7	0,8	0,5	4,3	0,16
Pacu Cd	Onívoro	2	20,6	1,5	10,5	30	13,3	<LOQ	0,6	0,8	2,6	0,2	8,9	0,61
Piau branco	Onívoro	1,6	21,2	1,7	11,1	12,4	15,4	0,4	0,9	0,8	2,8	0,1	5	<LOQ
Piau branco	Onívoro	2,4	21,1	1,7	11,3	19,9	19,1	<LOQ	0,8	0,5	0,9	0,3	4,9	<LOQ
Piau branco	Onívoro	3,6	19,9	1,7	11,4	14,6	20,3	<LOQ	1,3	0,8	2,8	0,1	5	<LOQ

TABELA 5.19: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca (continuação)

Espécie	Hábito alimentar	Verão												
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cr	Cu	Se	Mn	As	Sr	Hg
		g Kg ⁻¹				mg kg ⁻¹								
Piau branco	Onívoro	2,6	19,2	1,5	10,6	12,3	17	<LOQ	1,3	0,5	2,8	0,5	1,4	<LOQ
Piau branco	Onívoro	4,2	20,8	1,8	12,3	15,2	18,4	<LOQ	26	<LOQ	2	0,7	2,4	<LOQ
Piau branco	Onívoro	3,5	20,1	1,6	12,7	10	14,9	<LOQ	0,9	1,7	0,6	0,8	1,3	0,18
Piau preto	Onívoro	2,3	22	1,6	12,5	14,8	33,6	0,3	1,2	0,8	2,5	0,5	7,4	<LOQ
Piau preto	Onívoro	1,8	22,5	1,6	12,3	12,5	18,5	<LOQ	1,3	2	2,5	0,4	6,7	<LOQ
Piau três pintas	Onívoro	2,4	19,6	1,4	11,2	16,1	24,9	<LOQ	0,8	1,1	1,4	0,7	5,6	0,16
Piau três pintas	Onívoro	6,4	18,6	1,4	12,5	25,2	28,4	<LOQ	0,6	1	5,3	8,6	10,7	<LOQ
Piau três pintas	Onívoro	2,7	19,5	1,7	10,5	8,8	18,7	<LOQ	0,9	0,6	2,5	0,1	6,4	<LOQ
Piau três pintas	Onívoro	1,6	16,9	1,5	9,2	18,3	17,4	<LOQ	0,9	0,7	1,9	0,1	3,9	<LOQ
Piau três pintas	Onívoro	5,8	19,3	1,8	12,2	14,9	26,2	<LOQ	0,9	3	2,6	0,3	5,8	<LOQ
Piau três pintas	Onívoro	1,6	17,2	1,5	9,5	83	18,2	<LOQ	0,8	0,4	1,6	1,2	2,9	<LOQ
Piau verdadeiro	Onívoro	3,1	21,2	1,5	12,2	19,1	29,4	<LOQ	0,9	<LOQ	3,2	0,1	10,4	<LOQ
Piau verdadeiro	Onívoro	3,1	20	1,4	12,2	17,2	31,7	0,4	2,6	1,1	2,1	0,7	5	<LOQ
Piau verdadeiro	Onívoro	3,1	22,8	1,7	13,1	8,7	19	<LOQ	0,7	1,3	0,8	0,6	8,9	<LOQ
Piau verdadeiro	Onívoro	5,4	21,8	1,5	13,4	16,1	23,6	<LOQ	0,8	0,4	0,5	0,8	0,8	<LOQ
Piau verdadeiro	Onívoro	1,9	21,2	1,6	12,7	11,7	20,8	<LOQ	1,5	2,4	1,6	10,2	6,9	<LOQ
Pilombeta	Onívoro	6,7	15,3	1,2	11,8	14,6	35,9	<LOQ	1,5	0,9	1,8	9,6	15,2	<LOQ
Pirambeba	Carnívoro	2	23,3	1,6	13	40,9	20,1	0,5	1,2	1,1	1,9	1,4	8,8	<LOQ
Pirambeba	Carnívoro	<LOQ	23,8	1,7	13,7	14,1	27	<LOQ	1	<LOQ	1,8	1,2	3	<LOQ
Pirambeba	Carnívoro	4,6	23	1,7	12,4	5,8	11,4	0,3	52,39	1	13,5	6,4	10,1	<LOQ
Pirambeba	Carnívoro	1,6	<LOQ	1,4	11,4	13,9	24,4	<LOQ	1,1	0,7	0,7	0,5	3,5	0,15
Piranha	Carnívoro	3,1	23,6	1,4	12,5	16,5	19,3	<LOQ	1,3	<LOQ	1,7	0,2	3,9	<LOQ
Piranha	Carnívoro	1,1	22,6	1,3	11,9	12	18,3	<LOQ	0,8	0,8	13,2	6,5	21,9	<LOQ
Piranha	Carnívoro	1,9	23,5	1,6	12	7,2	18,9	<LOQ	1,4	0,9	3,3	0,2	3,2	<LOQ
Piranha	Carnívoro	2,7	22,8	1,6	12,4	4,6	20	0,3	0,7	1,5	<LOQ	7,7	6,4	0,42

TABELA 5.19: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca (continuação)

Espécie	Hábito alimentar	Verão												
		Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cr	Cu	Se	Mn	As	Sr	Hg
		g Kg ⁻¹				mg kg ⁻¹								
Piranha	Carnívoro	2,2	22,6	1,7	11,2	8,8	16,7	<LOQ	0,6	0,5	0,8	0,3	4,1	0,16
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,9	19	0,9	9,3	14,5	22,4	0,5	1	1,2	7	0,7	7,1	<LOQ
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,5	19,1	1,3	9,5	9,6	22,6	<LOQ	0,7	1,3	0,6	1,6	1,6	<LOQ
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	1,2	17,9	1,2	9,1	20,1	23,1	<LOQ	0,6	0,6	<LOQ	0,4	0,6	<LOQ
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	2,5	19,1	1,2	10	10,8	18,9	<LOQ	1,2	2,4	1,9	0,3	5,5	<LOQ
Robalo	Piscívoro-Carnívoro	0,7	18,8	1,5	8,5	9,7	20,7	<LOQ	29,5	0,7	5,3	2,3	15,1	<LOQ
Sarapó	Onívoro	3,6	18,4	1,3	10,4	8,8	17,3	0,4	0,7	1,3	7,3	10,3	15,1	<LOQ
Sarapó	Onívoro	9,1	14,5	1,5	10,9	8,3	29,8	<LOQ	0,9	0,4	1,7	0,1	2,7	0,15
Sarapó	Onívoro	5,3	18,4	1,4	11,2	9,1	18,2	0,6	1	0,6	2,4	0,3	3,1	<LOQ
Sarapó	Onívoro	3,5	19,5	1,4	10,6	5,2	14,9	<LOQ	0,8	1,3	1	0,6	7,5	<LOQ
Sarapó	Onívoro	5,6	17,4	1,3	11	9,4	23,6	<LOQ	0,9	0,6	2,8	1,3	4,5	<LOQ
Tainha	Detritívoro	2,9	18,9	1,2	12,2	41,8	15,6	0,4	1,5	0,4	2,6	0,6	2	<LOQ
Tilápia	Onívoro	1,2	19,6	1,3	9,8	16,7	18,4	0,4	0,8	0,8	1,5	0,5	5,9	<LOQ
Tilápia	Onívoro	1,2	19,3	1,6	9,6	31,2	16,4	<LOQ	31,5	0,8	5	2,7	12,1	<LOQ
Traíra	Carnívoro	3,1	18,4	1,4	10,7	21,6	49	<LOQ	0,8	<LOQ	1,9	0,2	6,2	<LOQ
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	2,1	21,4	1,8	12,2	16,5	34,5	<LOQ	2,5	0,5	1,3	3,6	11,6	<LOQ
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	1,4	21,7	1,5	11,9	7,6	34,3	<LOQ	0,9	0,9	1,4	0,8	6,2	<LOQ
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	<LOQ	20,6	1,1	10,2	8,9	29	<LOQ	0,5	0,9	4,7	11,2	11,5	<LOQ
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	2	20,3	1,2	10,5	7,5	25,1	<LOQ	0,8	0,4	0,9	0,9	2,1	<LOQ
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	3,2	19,6	1,3	10,3	15,7	26,1	<LOQ	0,7	0,6	0,9	0,2	1,7	<LOQ
Tucunaré amarelo	Piscívoro-Carnívoro	1,3	18,2	1,4	9,2	13,6	29,4	0,3	0,7	0,7	4,2	0,4	5,2	<LOQ

D) Frações de massa para as amostras coletadas no inverno

TABELA 5.20: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca

		Inverno													
Nome comum	Hábito alimentar	Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cr	Cu	Se	Mn	As	Sr	Hg	
		g Kg ⁻¹					mg kg ⁻¹								
Bagre	Onívoro	0,5	22,4	1,3	9,8	14,2	24,4	1,6	0,3	<LOQ	0,8	2,4	0,4	<LOQ	
Bagre	Onívoro	0,4	21	1,4	9,8	12,5	26,6	0,4	0,5	<LOQ	0,6	3,6	1,5	<LOQ	
Bagre	Onívoro	0,8	21,5	1,1	10,4	55,3	18,7	0,5	0,8	0,5	1,1	2,5	1,8	0,79	
Bagre	Onívoro	0,4	25,1	1,3	15	25,1	24,9	0,5	0,3	<LOQ	<LOQ	1,3	<LOQ	0,24	
Bagre	Onívoro	2,1	17,2	1	8	34,1	47,5	0,4	0,9	0,4	1,5	3,1	10,3	0,17	
Baiacú	Carnívoro	0,2	23,1	1,3	11,7	5,8	22,5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0,5	21,1	<LOQ	0,29	
Baiacú	Carnívoro	0,2	22,1	1,3	11,7	13,1	39,4	0,3	0,3	<LOQ	0,5	4,6	<LOQ	<LOQ	
Baiacú	Carnívoro	0,2	22	1,3	11,2	10,2	26,8	0,4	<LOQ	0,6	0,8	15,9	<LOQ	0,24	
Baiacú pintinha	Carnívoro	0,3	22,3	1,2	10,8	9	39,8	0,3	<LOQ	0,8	<LOQ	0,4	<LOQ	<LOQ	
Baiacú pintinha	Carnívoro	0,8	14,3	1,2	7	12,6	42,2	0,6	<LOQ	0,9	3,3	0,3	10,9	<LOQ	
Baiacú pintinha	Carnívoro	0,3	21,5	1,2	10,7	9	30,1	0,5	<LOQ	0,9	<LOQ	0,8	<LOQ	<LOQ	
Caranha	Carnívoro	1,6	19,6	1,4	10,2	8,6	15,5	0,4	0,3	0,7	<LOQ	0,5	0,7	<LOQ	
Caranha	Carnívoro	3,5	20	1,3	11,1	10,5	24,3	0,3	0,4	0,8	0,7	1,5	5,5	0,18	
Carapeba	Onívoro	3,8	21,6	1,7	11,1	36,9	24,7	0,8	0,6	1,9	1,9	1,8	12,6	0,37	
Carapeba	Onívoro	0,7	20,3	1,2	10,8	10,1	33,6	0,4	0,4	2	0,6	0,9	<LOQ	<LOQ	
Carapeba	Onívoro	2,9	20,7	1,2	11	7,1	22,7	0,3	<LOQ	2,6	3	0,9	11	<LOQ	
Carapicu	Onívoro	2,1	19,9	1,3	11	17,8	25,9	0,7	0,3	0,8	1,5	0,9	<LOQ	0,24	
Carapicu	Onívoro	5,2	18,2	1,3	10,9	19,2	31,9	0,7	0,3	1	2,1	0,3	5,2	<LOQ	
Carapicu	Onívoro	12	17,9	1,4	12,5	11,5	43,5	<LOQ	0,6	1	2,4	1,4	24,8	0,15	
Carapicu	Onívoro	2,9	19,1	1,1	9,9	15,7	29,4	0,4	0,4	1,2	0,8	2,6	6,3	0,15	
Carapicu	Onívoro	3,4	18	1,1	9,5	11,7	35,2	<LOQ	0,3	0,8	0,9	1,4	8,2	<LOQ	
Carapicu	Onívoro	3,4	4,3	1,1	10,1	10,7	36,5	0,5	0,3	1,2	1	2	10,6	<LOQ	
Cumbá	Onívoro	1,8	18	1,2	9,8	23,3	23	0,4	0,6	<LOQ	1,1	0,1	0,8	0,36	

TABELA 5.20: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca (continuação)

		Inverno												
Nome comum	Hábito alimentar	Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cr	Cu	Se	Mn	As	Sr	Hg
		g Kg ⁻¹					mg kg ⁻¹							
Cumbá	Onívoro	0,7	19,2	1,3	9,5	17	21,9	2	0,8	<LOQ	1,5	0,2	<LOQ	<LOQ
Cumbá	Onívoro	0,8	15,6	1	7,4	13,9	12,6	<LOQ	0,5	0,5	0,4	0,7	<LOQ	0,47
Lambiá	Onívoro	3,6	18,7	1,4	11,1	22,9	33,8	0,6	0,4	0,8	1,7	2	1,6	0,28
Linguado	-	1,9	19,9	0,8	10,5	9,1	18,7	0,4	<LOQ	1,1	0,7	2	1,4	<LOQ
Linguado	-	1,7	19,8	1,4	9,7	18,9	21,4	<LOQ	0,3	1,2	0,6	1,6	0,5	<LOQ
Linguado	-	1,3	17,9	1,3	8,8	8,7	24	<LOQ	0,4	1	0,5	1,5	0,3	<LOQ
Pacu Cd	Onívoro	2,4	20,1	1,5	10,7	41,7	34	0,3	1,1	<LOQ	3,7	0,5	0,8	<LOQ
Pacu Cd	Onívoro	2,1	19,3	1,3	6,3	8,6	6	<LOQ	0,6	<LOQ	1,6	0,5	<LOQ	<LOQ
Pescada	-	8,3	16,2	1,1	11,2	26,8	20,9	5	1,3	1	2,4	6,4	11	0,24
Piaba facão	-	11,9	17	0,9	12,4	26,3	37,9	0,3	1	1,1	9	2,4	16	<LOQ
Piaba verde	Onívoro	9,6	16,8	1,4	11,7	22,6	94,4	0,3	0,7	0,5	3,1	0,5	10	0,32
Piaba verde	Onívoro	10	17,9	1,4	12,4	11,3	28,8	0,3	<LOQ	0,8	9,4	0,3	15,5	0,19
Piau branco	Onívoro	2,2	19,8	1,4	11,2	8,3	16,9	0,4	0,6	1,4	1,1	0,2	<LOQ	<LOQ
Piau branco	Onívoro	2,1	18,5	1,3	6,5	14,6	21,4	0,5	0,5	1,2	1,6	0,2	<LOQ	<LOQ
Piau branco	Onívoro	5,5	18,5	1,3	10,6	13,1	24,6	<LOQ	0,3	1,2	3	0,4	1,9	<LOQ
Piau preto	Onívoro	2,2	15,1	1,1	8,1	11,3	18,9	<LOQ	<LOQ	1	0,8	0,3	<LOQ	<LOQ
Piau três pintas	Onívoro	3,5	19,1	1,4	11,6	30,1	25,4	0,8	1	1,2	1,3	0,1	1,3	<LOQ
Pirambeba	Carnívoro	2,6	22,1	1,7	12,4	16,7	23,1	<LOQ	0,7	0,6	1	0,2	2,2	0,19
Pirambeba	Carnívoro	2	20,5	1,4	10,3	<LOQ	6,4	<LOQ	0,3	0,4	0,4	0,2	0,8	0,15
Pirambeba	Carnívoro	1,9	22,3	1,6	11,4	9,3	18,2	<LOQ	0,3	0,5	1	0,9	2,4	<LOQ
Piranha	Carnívoro	2,1	21,9	1,5	7,3	11,7	21,7	<LOQ	1	0,7	1,5	1,8	6,3	<LOQ
Robalo	Carnívoro	0,7	20,7	1,5	10,7	3,4	2,1	<LOQ	<LOQ	0,6	0,7	0,1	2,9	0,26
Robalo	Carnívoro	2,6	21,1	1,3	11	9,6	4	0,5	0,3	2	1,4	6	9,2	<LOQ
Robalo	Carnívoro	4,1	17,4	1,3	9,4	13,3	23,5	<LOQ	0,4	0,5	1	1,3	4,2	<LOQ
Robalo	Carnívoro	2,7	20,8	1,4	11,3	17,6	17,5	0,3	0,2	0,6	0,6	0,9	4,7	0,34

TABELA 5.20: Frações de massa obtidas a partir das análises das amostras do inverno expressos na base seca (continuação)

		Inverno												
Nome comum	Hábito alimentar	Ca	K	Mg	P	Fe	Zn	Cr	Cu	Se	Mn	As	Sr	Hg
		g Kg ⁻¹					mg kg ⁻¹							
Robalo	Carnívoro	1,6	20,1	1,4	10	13,9	18,3	0,3	0,4	0,8	0,6	1	4,3	<LOQ
Robalo	Carnívoro	2,6	20,4	1,4	10,6	3	14,4	0,3	<LOQ	0,6	1,3	0,9	12	<LOQ
Robalo	Carnívoro	2,4	20,5	1,3	10,4	8,2	22,1	<LOQ	0,3	3	0,5	0,3	8	0,34
Sarapó	Carnívoro	8,6	16	1,3	10,2	24,6	21,4	0,7	0,3	1,3	3,3	0,9	20,3	0,41
Sarapó	Carnívoro	7,5	18,3	1,4	11,9	10,1	13,4	0,3	0,6	0,7	13,7	2,6	15,3	<LOQ
Sarapó	Carnívoro	4,7	19,6	1,5	9,7	26,5	21,7	0,3	0,3	0,7	6,4	2,4	8,8	<LOQ
Tainha	Planctívora	0,4	20,1	1,2	10,1	26,2	10,4	<LOQ	0,8	0,5	<LOQ	1,8	<LOQ	<LOQ
Tainha	Planctívora	1,4	5,8	1,3	2,2	27,6	13,7	<LOQ	1,1	0,6	0,5	2,5	2,5	<LOQ
Tainha	Planctívora	7,3	19,6	1,2	11,3	21,5	14,2	<LOQ	0,8	0,4	0,7	2,5	25,3	<LOQ
Tilápia	Onívoro	0,7	21,1	1,6	10,7	12,2	19,5	<LOQ	0,3	<LOQ	<LOQ	0,5	<LOQ	<LOQ
Traíra	Carnívoro	3	32,7	1,4	24,3	9,8	35,1	0,4	0,4	0,7	3,6	1,7	1,60	<LOQ
Traíra	Carnívoro	2,9	12,8	1,4	6,1	10,1	31,2	0,3	<LOQ	0,6	2,5	1,6	0,53	<LOQ
Traíra	Carnívoro	3,5	12,2	1,4	6,3	11,9	25,9	0,4	<LOQ	0,5	2	1,1	<LOQ	<LOQ
Tucunaré amarelo	Carnívoro	2,3	20,2	1,5	10	6,6	39,8	<LOQ	<LOQ	0,8	0,8	0,4	3,8	0,19
Tucunaré amarelo	Carnívoro	1,5	19,7	1,4	9,7	24,2	34	<LOQ	<LOQ	0,5	0,7	0,3	0,6	<LOQ
Vermelha	-	3,6	15,7	1,2	8	9,8	20,5	<LOQ	<LOQ	0,8	0,6	7,3	11,8	<LOQ
Vermelha	-	6,5	19	1,1	9,8	10,3	17,7	0,3	0,3	1,2	0,8	2,6	13,7	<LOQ
Vermelha	-	7,3	18	1,1	9,9	9,2	14,9	0,4	<LOQ	0,7	0,8	2,8	17,7	<LOQ
Xareu	Carnívoro	2,1	21,4	1,4	13,2	18	15,7	0,4	1,4	0,6	0,5	0,7	2,3	<LOQ
Xareu	Carnívoro	0,9	14,5	1	7,7	15,3	11,6	0,3	1,2	0,8	<LOQ	1,8	1	<LOQ