

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO DE DECOMPOSIÇÃO COM SISTEMA DE REFLUXO PARA AMOSTRAS DE AÇÚCAR MASCAVO

MARIANA CAMINHA MACHADO¹; MAICON RENATO FERREIRA SAMPAIO²;
RUI CARLOS ZAMBIAZI²; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO¹; MARIANA
ANTUNES VIEIRA¹; MEIBEL TEIXEIRA LISBOA¹.

¹Universidade Federal de Pelotas, Bacharelado em Química – mariana28202009@hotmail.com
Universidade Federal de Pelotas, Programa de Pós-Graduação em Química, Laboratório de
Metrologia Química (LabMeQui) ¹ meibellisboa@hotmail.com

² Universidade Federal de Pelotas, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de
Alimentos, maicsampaio@yahoo.com.br

1. INTRODUÇÃO

A cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum L*) é industrialmente utilizada para produção de açúcar e álcool, sendo o Brasil o maior produtor mundial (UNICA, 2018). O caldo de cana é um alimento extraído da moagem da cana e conserva muitos dos nutrientes presentes no caule da planta, tal como açúcares, principalmente a sacarose, minerais, vitaminas, proteínas, lipídeos e antioxidantes (FAVA, 2004).

A partir do caldo são produzidos o melado, a rapadura e o açúcar mascavo. Estes não passam por processos de refino como ocorre na obtenção do açúcar branco, evitando assim a perda de muitos nutrientes, como de minerais.

O desenvolvimento de métodos analíticos para determinação de minerais em açúcares é de grande interesse ambiental e econômico, pois vários problemas estão associados com estas análises devido à alta complexidade da matriz. Para minimizar esses problemas, a mineralização das amostras com ácidos inorgânicos fortes sob aquecimento tem sido também uma alternativa, pois propicia a eliminação da matéria orgânica, possibilitando o uso de soluções padrão aquosas para a calibração, já que as propriedades físicas e químicas da amostra tratada são similares aos dos padrões aquosos utilizados (KRUG, 2010).

O processo de decomposição pode ocorrer em sistema aberto com chapa de aquecimento ou com bloco digestor, no entanto a digestão por via úmida em altas temperaturas usando sistemas abertos não é viável em alguns casos devido a possíveis perdas de analitos mais voláteis e a evaporação do solvente. Uma alternativa é o uso de sistemas fechados assistidos por micro-ondas, onde o risco de perdas de analito por evaporação e contaminação é muito pequeno (ORESTE et al., 2013).

O uso do sistema de refluxo para a decomposição completa das amostras em um sistema aberto com aquecimento convencional ainda é pouco explorado. Embora a aplicabilidade desta técnica já tenha sido demonstrada em alguns trabalhos, estudos mais recentes têm demonstrado que ela é uma alternativa promissora para métodos mais sofisticados de preparação de diferentes tipos de amostras, inclusive de alimentos, com resultados exatos e precisos para determinação de elementos voláteis e oligoelementos (ORESTE et al., 2013).

Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método utilizando a decomposição ácida com sistema de refluxo para amostras de açúcar mascavo para posterior determinação de minerais.

2. METODOLOGIA

2.1 Teor de umidade e cinzas

O ensaio do teor de umidade foi realizado pelo método gravimétrico, onde 10 g de amostra foram pesadas em triplicata em bêqueres e secas em estufa a 105°C por 2 horas, repetindo o procedimento até peso constante (Instituto Adolfo Lutz, 2008). Após a análise da umidade, foi realizado a determinação de cinzas, onde as amostras colocadas nos cadinhos foram primeiramente carbonizadas em bico de Bunsen e depois colocadas em forno mufla e incineradas a 550°C (Instituto Adolfo Lutz, 2008).

2.2 Amostra e Otimização do procedimento de decomposição ácida

Para o desenvolvimento do método foi utilizada amostra de açúcar mascavo adquirida em comércio local. Para o preparo das amostras foi utilizado um bloco digestor convencional, e aos tubos de decomposição foram acoplados sistemas de refluxo (dedo frio) com um encaixe de teflon com uma ranhura lateral. O sistema também possui circulação interna de água com temperatura controlada de 15°C através de um banho termostatizado.

A otimização do procedimento de decomposição ácida com sistema de refluxo foi realizada, considerando as seguintes variáveis: massa de amostra (100-1000 mg), tempo de decomposição (1-5h) e temperatura (150–180°C). Ao final da decomposição as amostras foram avolumadas a 50,0 mL com água deionizada. Por fim, testou-se a adição de 1 mL de peróxido de hidrogênio 35% (m/m) para aumentar o poder de oxidação e clarificação da solução.

Para todos os procedimentos, foi avaliada a acidez remanescente e o teor de sólidos dissolvidos. Para a acidez, uma alíquota de 500 µL do digerido foi utilizada e titulada com solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹ previamente padronizada com bftalato ácido de potássio. Para o teor de sólidos dissolvidos, foi retirada uma alíquota de 5 mL do digerido e evaporou-se os ácidos até secura em chapa de aquecimento na capela e após o resíduo foi seco por mais algumas horas em estufa até peso constante.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Análise de umidade e cinzas

O valor médio do teor de umidade da amostra comercial de açúcar mascavo foi de 1,31%, ou seja, foi inferior ao valor estabelecido pela Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO) que é de 3,3%. O valor médio do teor de cinzas para amostra de açúcar mascavo foi de 0,46%, sendo que este valor ficou abaixo do valor de referência de 1,4% da tabela TACO.

3.2 Otimizações

3.2.1 Efeito da massa de amostra

Para a análise das amostras, quanto maior for a massa utilizada, melhor serão os resultados, pois não haverá a necessidade de se realizar grandes diluições, favorecendo ainda a obtenção de melhores limites de detecção. Para

isso, foram testadas massas de amostra de açúcar mascavo no intervalo de 100 a 1000 mg. Em todas as condições avaliadas houve uma completa solubilização da amostra. A Figura 1 apresenta os resultados para este estudo.

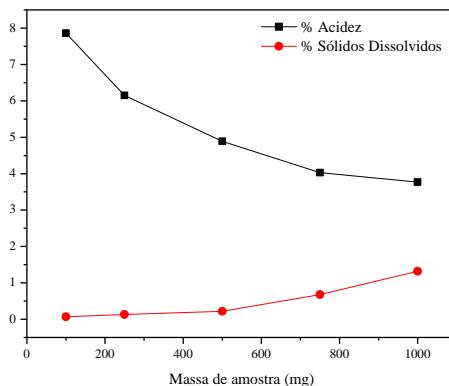


Figura 1: Otimização da variação da massa de açúcar mascavo para o sistema de decomposição com refluxo em condições fixas de: 5 mL de HNO₃, 150°C, 2 horas de decomposição, amostras avolumadas a 50 mL.

De acordo com o gráfico, pode-se observar que à medida que a massa de amostra foi aumentando o teor de sólidos dissolvidos também aumentou; no entanto estes valores não ultrapassaram o limite de 3% para sólidos dissolvidos e de 5% para a acidez remanescente, parâmetros que são importantes para verificar se a decomposição da matriz orgânica foi eficiente. Para a acidez, à medida que a massa de amostra aumentou a acidez diminuiu, ou seja, mais ácido é requerido na decomposição da matéria orgânica da amostra. Por conta disso, adotou-se a massa de 1000 mg de amostra para os estudos seguintes.

3.2.2 Efeito do tempo e da temperatura de decomposição

Outros parâmetros importantes a serem avaliados no processo de decomposição das amostras são o tempo de decomposição e a temperatura do bloco.

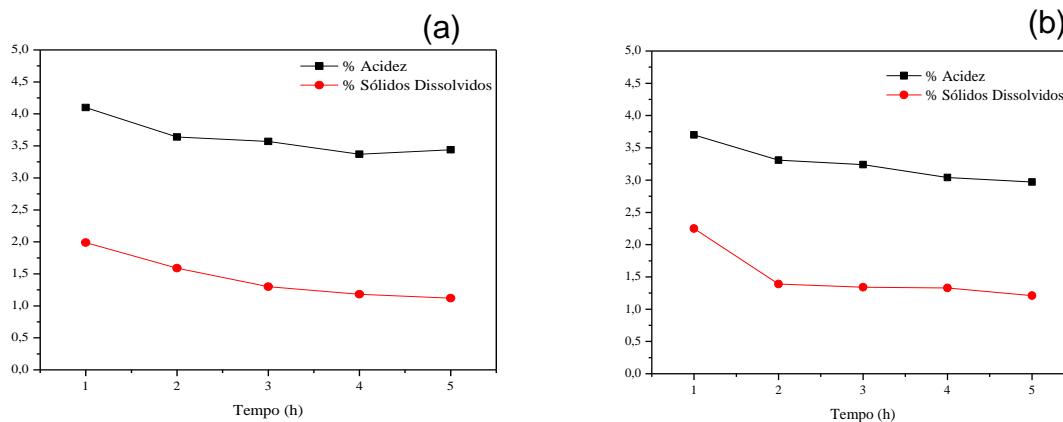


Figura 2: Otimização da variação do tempo de decomposição do açúcar mascavo: (a) 150°C, 1000 mg de amostra, 5 mL de HNO₃, avolumadas a 50 mL. (b) 180°C, 1000 mg de amostra, 5 mL de HNO₃, avolumadas a 50 mL.

Ao otimizar o tempo e a temperatura de decomposição, observou-se que nos diferentes tempos (1-5h) a 150 °C, a acidez variou de 3,37% a 4,10% e o teor de sólidos dissolvidos de 1,12 a 1,99%, sendo que a partir de 3h de decomposição não houve diferenças significativas entre a acidez e sólidos dissolvidos. Ao testar-se a temperatura de 180 °C, os valores de acidez foram na faixa de 2,97-3,70% e sólidos dissolvidos 1,05 a 2,25%. Ou seja, o uso de temperaturas maiores não representa uma diminuição nos parâmetros de sólidos dissolvidos e acidez, permanecendo com valores próximos a temperatura de 150°C. Sendo assim foi adotada a temperatura de 150º C para o estudo posterior com uso de H₂O₂. Neste estudo observou-se que as soluções ficaram mais límpidas e apresentaram menores valores de sólidos dissolvidos (0,41-1,58%) e acidez (3,04-3,57%), sendo que a condição ótima foi em 4 horas.

4. CONCLUSÕES

O método de preparo de amostra empregando a decomposição ácida com sistema de refluxo se mostrou eficiente para as amostras de açúcar mascavo, comprovados pelos baixos valores encontrados de acidez e sólidos dissolvidos, bem como pelo aspecto límpido da solução final. Os valores de umidade e cinzas foram concordantes com a tabela TACO. Como perspectivas futuras, pretende-se aplicar o método já estabelecido para outras marcas de açúcar mascavo e realizar a determinação dos minerais como cálcio, ferro, magnésio, sódio e potássio.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

FAVA, A. R. **Atletas ingerem garapa para repor energia.** Acessado em 15 de ago. 2018 Disponível em:<http://www.unicamp.br/Unicamp/unicamphoje/ju/mayo2004/>

Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** São Paulo. 2008. Acessado em 15 de ago. 2018. Online. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analiseddealimentosial_2008.pdf 250pag8a.html.

KRUG, F. J. **Métodos de Preparo de Amostras: Fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar.** Piracicaba, 2008, 1.ed.,340p.

ORESTE, E. Q.; JESUS, A.; OLIVEIRA, R. M.; SILVA, M. M.; VIEIRA, M. A. RIBEIRO, A. S. C. H. New design of cold finger for sample preparation in open system: Determination of Hg in biological samples by CV-AAS. **Microchemical Journal**, v.109, p.05-09, 2013.

TACO, **Tabela brasileira de composição de alimentos / NEPA –UNICAMP.-** 4. ed. rev. e ampl. -- Campinas: NEPA- UNICAMP, 2011. 161 p.

UNICA-União da Indústria de Cana-de-açúcar. Acesso em 15 ago. 2018 Disponível em: http://www.unicadata.com.br/historico-de-area_ibge.php?idMn=33&