

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO DE PREPARO DE AMOSTRA PARA DETERMINAÇÃO ELEMENTAR EM PÓ DE CAFÉ POR ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA COM PLASMA INDUZIDO POR MICRO-ONDAS

MIGUEL PEREIRA SOARES¹; CHARLIE G. GOMES²; DAÍSA H. BONEMANN³;
SABRINA H. SCHERDIEN⁴; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO⁵;
MARIANA ANTUNES VIEIRA⁶

¹Universidade Federal de Pelotas, Bacharelado em Química Industrial – sp.miguel@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – charlieggomesii@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – daisa_bonemann@yahoo.com.br

⁴Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – sabrinasherdiens@gmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – andersonsch@hotmail.com

⁶Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – maryanavieira@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O café é uma bebida produzida a partir dos grãos torrados do fruto cafeeiro, uma planta originária do continente africano (ALMEIDA, 2012). Sua chegada no Brasil é datada em 1727, porém na década de 1880, durante o período do Brasil Império, o país tornou-se o maior produtor mundial de café (CAFEICULTURA, 2018).

O Brasil é o maior produtor e exportador do grão no mundo, exportando 34,05 milhões de sacas de 60 kg do fruto nos primeiros meses de 2019. O país é o segundo maior consumidor mundial da bebida, consumindo cerca de 21 milhões de sacas ao ano (CAFEICULTURA, 2020). Diante disso, calcula-se um consumo per capita anual de 6,02kg de café cru e 4,82kg de café torrado e moído (EMBRAPA, 2019). Sendo assim, fica evidente a necessidade de haver um estudo de elementos essenciais e não essenciais em amostras de café, assegurando assim uma maior segurança alimentar para a saúde humana.

O consumo diário de café possui muitos benefícios em estudo, tais como as relações entre o café e o sistema nervoso central, sistema renal, sistema musculoesquelético, sistema respiratório e também o sistema digestivo (ALVES et al., 2009). O consumo do café libera vários elementos químicos que compõem os macronutrientes, micronutrientes e elementos traço. Dentre eles, podemos citar: o cálcio (Ca), atuando na formação de ossos e dentes, na metabolização do ferro e funções neuromusculares, tendo sua dose diária recomendada em 1000 mg; o ferro (Fe), sendo essencial por transportar o oxigênio para as células humanas e possui cerca de 8 mg de dose diária recomendada; o Manganês (Mn), atuando como antioxidante, e ativador de enzimas metabólicas, com consumo diário de 2,3 mg para homens e 1,6 mg para mulheres; e, por fim, o zinco (Zn), atuando no crescimento, sistema imunológico e neurológico, consumindo 7 mg/dia (ADITIVOS INGREDIENTES, 2018).

Dentre as técnicas utilizadas para a determinação de metais presentes nas amostras de pó de café, se destaca os métodos espectrométricos de análise, onde muitas vezes se encontra uma instrumentação rápida e precisa. Com isso, a espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) se torna viável, tendo em vista ser uma técnica multielementar e de baixo custo, pois utiliza plasma de nitrogênio, este que pode ser obtido a partir do ar atmosférico, sendo assim ideal até mesmo para análises de rotina (NIEDZIELSKI et al., 2015).

Com base no exposto, este trabalho tem por objetivo desenvolver uma metodologia para a decomposição de amostras de pó de café para a determinação de elementos como Ca, Fe, Mn e Zn pela técnica de MIP OES. Após o desenvolvimento, esta metodologia será aplicada a outros tipos de amostras de cafés em pó.

2. METODOLOGIA

Para o desenvolvimento da metodologia proposta foi utilizada uma amostra de café adquirida no comércio local de Pelotas/RS. Sendo assim, as amostras foram preparadas através de decomposição ácida em bloco digestor com sistema de refluxo, tornando um sistema “semifechado”. As condições ideais foram otimizadas através do uso de um delineamento de composto central com pontos axiais.

Para esse estudo, foram consideradas as seguintes variáveis independentes: volume de H_2SO_4 (de 1 a 2 mL), massa da amostra (de 375 a 875 mg), tempo (de 2,5 a 4 h) e temperatura de aquecimento do bloco digestor (de 165 a 345 °C). Como variáveis dependentes foram avaliados as intensidades para os elementos Ca, Fe, Mn e Zn. A quantidade de HNO_3 foi fixado em 5 mL para todas as amostras. As respostas obtidas, através dos resultados experimentais, permitiu avaliar as interações entre as variáveis estudadas e a sua influência sobre a resposta analítica. A exatidão foi verificada através do balanço de massa ($a = b + c$), comparando os resultados obtidos para as três condições analisadas: (a) pó de café (concentração total), (b) infusão (fração solúvel) e (c) café após a infusão (fração não solúvel). Após a otimização do preparo da amostra, o método foi aplicado em três amostras de pó de café, na solução de infusão do café (infusão), e no pó de café após a infusão (passado). Todas amostras foram preparadas em triplicata, assim como as leituras instrumentais.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Ao analisar os resultados obtidos do planejamento a 95% de confiança, observou-se que houveram respostas significativa a partir de um cálculo de deseabilidade aplicado nas intesidades dos analitos. Com isso, foram adotados os seguintes valores ótimos para a decomposição: 2 mL de H_2SO_4 , 750 mg de massa de amostra, 3h em decomposição à 300°C. Sendo assim, as amostras foram preparadas a partir da pesagem 750 mg de amostra diretamente em tubos digestor, adicionado 5 mL de HNO_3 e 20 pérolas de vidro, levando ao aquecimento a 130°C durante 1 hora. Em seguida, foi adicionado 2 mL de H_2SO_4 e a temperatura elevada à 300°C, permanecendo até que se completasse o período de 3 horas em decomposição. Após o arrefecimento, as soluções foram transferidas para frascos de polipropileno e o volume final de 50 mL foi completado com água desionizada. A Tabela 1 mostra os resultados obtidos do estudo de balanço de massas utilizado para avaliar a exatidão da metodologia, onde é possível notar que os resultados obtidos foram satisfatórios. Através do teste de adição de analitos, foi possível avaliar a exatidão do método, obtendo-se resultados de recuperação entre 88 a 117% para todos os elementos investigados, e os valores de LD_m e LQ_m foram inferiores a 0,59 e 0,98 mg kg^{-1} para todos elementos, respectivamente.

Tabela 1: Resultados obtidos pela metodologia proposta na análise da amostra.

Analitos	TOTAL $x \pm sd, \text{ mg kg}^{-1}$ (RSD)	INFUSÃO + PASSADO $x \pm sd, \text{ mg kg}^{-1}$	Recuperação (%)
Ca	$1229,4 \pm 69,9$ (5,7)	$1328,5 \pm 48,2$	108
Fe	$67,31 \pm 1,38$ (2,05)	$79,12 \pm 5,63$	117,5
Mn	$29,35 \pm 0,47$ (1,60)	$34,11 \pm 0,8$	116,2
Zn	$13,80 \pm 0,45$ (3,23)	$11,45 \pm 0,96$	82,9

Valores descritos como média \pm desvio padrão (desvio padrão relativo).

A metodologia proposta foi aplicada para três amostras de café (Tabela 2), obtendo os resultados para Ca, Fe, Mn e Zn sendo fonte nutricional importante para o organismo humano.

Tabela 2: Concentrações obtidas para Ca, Fe, Mn e Zn em amostras de pó de café por MIP OES.

Analitos	Concentração $x \pm sd, \text{ mg kg}^{-1}$ (RSD)		
	MT	ME	MD
Ca	$967,1 \pm 24,9$ (2,6)	$929,2 \pm 39,2$ (4,2)	$1198,3 \pm 74,3$ (6,2)
Fe	$62,33 \pm 5,11$ (8,2)	$47,91 \pm 3,42$ (7,1)	$35,31 \pm 1,95$ (5,5)
Mn	$30,39 \pm 0,48$ (1,6)	$28,83 \pm 1,35$ (4,7)	$28,25 \pm 1,86$ (6,6)
Zn	$4,33 \pm 0,34$ (7,75)	$4,77 \pm 0,38$ (7,9)	$19,14 \pm 1,77$ (9,2)

Valores descritos como média \pm desvio padrão (desvio padrão relativo).

De acordo com ADITIVOS INGREDIENTES (2018), é possível observar que as amostras MT e ME possuem valores dentro do Índice Diário Recomendado (IDR) para Ca, e a amostra MD está acima do IDR, que é de 1000 mg. Para Fe e Mn, todas amostras estão acima do IDR que é de 8 e 1,6 mg, respectivamente. Já para Zn, as amostras MT e ME estão dentro do IDR, e MD acima do valor, que é de 7 mg. Sabe-se que o consumo humano não se dá diretamente ao pó do café, portanto, durante a ingestão da bebida infusionada as concentrações podem variar. É importante lembrar que os valores encontrados são para 1 kg de pó de café. Também há de considerar-se o descarte do material de forma irregular após o uso, transportando os elementos presentes em sua matriz diretamente ao solo, podendo causar danos ambientais.

4. CONCLUSÕES

A metodologia desenvolvida mostrou-se exata e precisa na determinação de Ca, Fe, Mn, Zn, entre outros, em amostras de café para determinação total. Além disso, se mostrou eficaz para decompor amostras complexas como pó de café, por possuir grande quantidade de matéria orgânica e gordura, além de utilizar uma técnica que permite a detecção multielementar com boa sensibilidade.

A concentração da presença destes analitos evidencia a importância da análise em alimentos para melhor compreender o consumo humano e o descarte de seu resíduo no meio ambiente.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADITIVOS INGREDIENTES. **Os minerais na alimentação.** Editora Insumos LTDA, São Paulo, 07 mai. 2018. Artigos. Acessado em 24 set. 2020. Online. Disponível em: <https://aditivosingredientes.com.br/artigos/artigos-editoriais-geral/os-minerais-na-alimentacao>

ALMEIDA, I. N. das M. **O agroturismo como um elemento para o desenvolvimento local de Cabo Delgado: o caso do Café do Ibo.** 2012. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento Local e Gestão de Turismo). Universidade Católica de Moçambique, FGTL/UCM-Pemba, 83p, 2012.

ALVES, R. C.; CASA, S.; OLIVEIRA, B. Benefícios do café na saúde: mito ou realidade? **Química Nova**, São Paulo, v.32, n.8, pag. 2169-2180, 2009.

CAFEICULTURA. **HISTÓRIA COMPLETA CAFÉ NO BRASIL.** Revista Cafeicultura, Rio Parnaíba, 30 jul. 2018. Curiosidades. Acessado em 23 set. 2020. Online. Disponível em: <https://revistacafeicultura.com.br/?mat=40384>

CAFEICULTURA. **DADOS SOBRE A PRODUÇÃO E CONSUMO DE CAFÉ NO BRASIL.** Revista Cafeicultura, Rio Parnaíba, 27 abr. 2020. Estatísticas. Acessado em 23 set. 2020. Online. Disponível em: <https://revistacafeicultura.com.br/?mat=40384>

EMBRAPA. **CONSUMO INTERNO DOS CAFÉS DO BRASIL REPRESENTA 13% DA DEMANDA MUNDIAL.** Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Brasília, 12 fev. 2019. Notícias. Acessado em 23 set. 2020. Online. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/41277124/consumo-interno-dos-cafes-do-brasil-representa-13-da-demanda-mundial>