

APLICAÇÃO DE MÉTODO DE PREPARO DE AMOSTRA PARA DETERMINAÇÃO ELEMENTAR EM PÓ DE CAFÉ *ESPRESSO* 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 – sabrinascherdien@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 ao 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 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 presentes 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 Ca, atuando na formação de ossos e dentes, na metabolização do ferro e funções neuromusculares, tendo sua dose diária recomendada em 1000 mg; o Fe, sendo essencial por transportar o oxigênio para as células humanas e possui cerca de 8 mg de dose diária recomendada; o 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 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, se destaca as de espectrometria atômica, 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, o qual é 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 apresentar a aplicação do método desenvolvido para a decomposição de amostras de pó de café

espresso para a determinação de elementos como Ca, Fe, Mn e Zn pela técnica de MIP OES.

2. METODOLOGIA

Para a aplicação do método foram compradas duas amostras de café da Marca A, do tipo Clássico (AC) e Extraforte (AE), no comércio local de Pelotas/RS. Para obtenção das amostras, foi utilizada a máquina de café *espresso* (Marca A) que usa sachês de café, mantendo a temperatura da água e pressão conforme padrão do fabricante. Sendo assim, a fração sólida das amostras foram preparadas através de decomposição ácida em bloco digestor com sistema de refluxo, tornando um sistema “semifechado”.

As condições ideais para massa, temperatura, tempo e volume de reagentes foram otimizadas através do uso de um delineamento de composto central com pontos axiais utilizando as intensidades dos elementos como respostas analíticas, conforme já discutido no CIC de 2020. A exatidão foi verificada através do balanço de massas.

Após a otimização, o método foi aplicado em duas amostras de café em sachê, na fração sólida total (total) e na fração sólida lixiviada (passado). Na fração líquida (infusão) foi aplicada o método adaptado de Raineldes e colaboradores (JUNIOR, 2019) que consiste na utilização de 10 mL de amostra, 200 µL de ácido nítrico e 3 mL de peróxido de hidrogênio, aquecidos a 120°C por 3h. Todas amostras foram preparadas em triplicata, assim como as leituras instrumentais.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras foram preparadas a partir da pesagem 750 mg de amostra diretamente em tubos digestores, adicionados de 5 mL de HNO₃ e 20 pérolas de vidro, levando ao aquecimento a 130 °C durante 1 hora. Em seguida, foram adicionado 2 mL de H₂SO₄ 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 ($a = b + c$), onde a exatidão foi verificada comparando os resultados obtidos para as três condições analisadas: (a) pó de café (concentração total), (b) infusão (fração líquida) e (c) pó lixiviado (fração sólida lixiviada).

É possível notar que os resultados obtidos foram satisfatórios. Através do teste de adição de analitos, foi possível avaliar a precisão do método, obtendo-se resultados de recuperação variando entre 88 a 117% para todos os elementos investigados. Os valores de limite de detecção (LD_m) e limite de quantificação (LQ_m) foram inferiores a 0,59 e 0,98 mg kg⁻¹ para todos elementos, respectivamente.

Tabela 1: Resultados de concentração dos analitos (em mg kg⁻¹) obtidos para o teste de balanço de massa da amostra.

Analitos	(a) Pó de café	(b) Infusão	(c) Pó lixiviado	Rec (%)
Ca	1229 ± 70 (5,7)	169,7 ± 2,9 (1,7)	1158,9 ± 45,3 (4,9)	108

Fe	67,31 ± 1,38 (2,05)	16,1 ± 0,14 (2,8)	74 ± 5,5 (7,4)	117,5
Mn	29,35 ± 0,47 (1,60)	6,4 ± 0,3 (4,7)	27,7 ± 0,51 (1,8)	116,2
Zn	13,80 ± 0,45 (3,23)	2,4 ± 0,04 (1,8)	9,1 ± 0,5 (5,5)	82,9

Valores descritos como média ± desvio padrão (desvio padrão relativo).

Após, a metodologia proposta foi aplicada para duas amostras de café e os resultados de concentração de Ca, Fe, Mn e Zn são apresentados na Tabela 2:

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

Analitos	Concentração x ± sd, mg kg ⁻¹ (RSD)	
	Amostra AC	Amostra AE
Ca	1639,6 ± 42,4 (2,6)	1429,7 ± 11,4 (0,8)
Fe	80,99 ± 8,0 (9,9)	70,44 ± 2,0 (2,9)
Mn	29,57 ± 0,49 (1,6)	27,91 ± 0,32 (1,1)
Zn	9,05 ± 0,40 (4,4)	9,05 ± 0,53 (5,9)

Valores descritos como média ± desvio padrão (desvio padrão relativo); AC – Marca A Clássico; AE – Marca A Extraforte.

Para estabelecer uma visualização do carregamento dos analitos a partir da lixiviação, foi realizada uma comparação dos valores obtidos na fração sólida do café e na fração líquida das amostras. A Figura 1 mostra um gráfico com a porcentagem das concentrações dos analitos que foram obtidas na fase líquida.

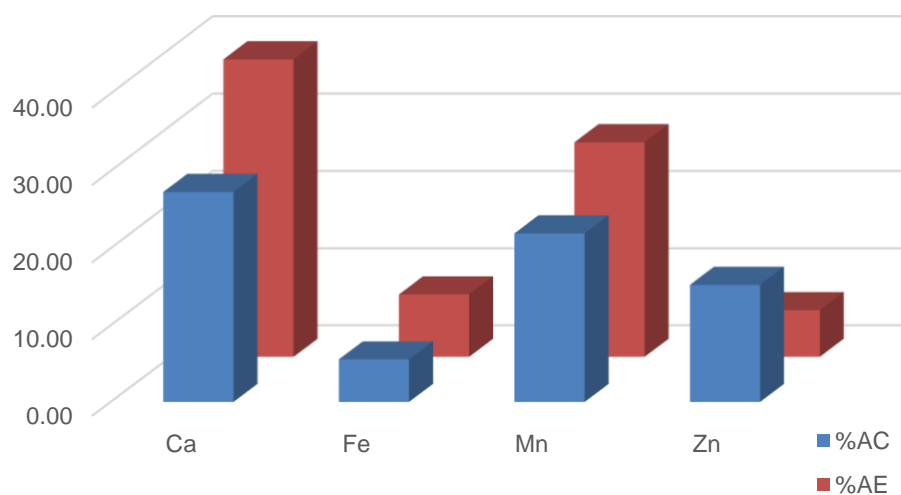


Figura 1: Porcentagem das concentrações obtidas dos analitos do café em fase líquida.

Portanto, é possível observar que as amostras AC e AE, em pó de café (fase sólida), estão acima dos valores do Índice Diário Recomendado (IDR) para o Ca, que é de 1000 mg, mas, estão dentro do recomendado no café infusional (fase líquida). Para Fe e Mn, todas amostras em fase sólida estão acima do IDR que é de 8 e 1,6 mg, respectivamente, porém, o Fe está dentro do recomendado para todas as amostras em fase líquida. Já para Zn, todas as amostras do pó de café estão acima do valor recomendado, que é de 7 mg, mas estão dentro dos valores indicados para todas em fase líquida.

Há fatores que influenciam o carregamento dos analitos através da infusão, esse podem depender do elemento, como estão ligados a matriz, temperatura de água, pressão entre outros. Sabe-se que o consumo do café não se dá diretamente ao pó, portanto, durante a ingestão da bebida infundida, as concentrações podem variar. É importante lembrar que os valores encontrados são para 1 kg de pó de café.

4. CONCLUSÕES

A metodologia desenvolvida mostrou-se exata e precisa na determinação de Ca, Fe, Mn, Zn em amostras de café no pó e na fração infundida. 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 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, FGTI/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>

JUNIOR, Raineldes A. Cruz et al. A closed inline system for sample digestion using 70% hydrogen peroxide and UV radiation. Determination of lead in wine employing ETAAS. **Talanta**, v. 191, p. 479-484, 2019.