

DESENVOLVIMENTO DE UM MÉTODO DE EXTRASSÃO ÁCIDA ASSISTIDA POR ULTRASSOM ATRAVÉS DE OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA PARA POSTERIOR ANÁLISE EM MÉIS

MARIANA MOREIRA DA CUNHA¹; CHARLIE GUIMARÃES GOMES²; MARIANA ANTUNES VIEIRA³

¹Universidade Federal de Pelotas – cunha.mariana2003@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – charlieggomesii@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – maryanavieira@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

O mel é uma substância viscosa produzida, principalmente, pelas abelhas da espécie *Apis Mellifera* a partir do néctar das flores, o qual é utilizado como alimento para a sobrevivência das colmeias. Esse produto também é amplamente consumido pelos seres humanos, devido ao seu gosto adocicado e pelos seus valores nutricionais, além de ser um substituto mais saudável do açúcar refinado. Esses atributos se dão devido à presença de significativas quantidades de açúcares, como glicose e frutose, e minerais como K, Ca, Na e Cu, além de possuir em sua composição ácidos orgânicos, sendo um deles o ácido glucônico que contribui para a formação do peróxido de hidrogênio, um poderoso antibactericida. Ainda, o mel conta com grandes quantidades de ácidos fenólicos, flavonóides, e certas enzimas. Todas essas substâncias contribuem ativamente à melhora na qualidade de vida dos indivíduos a partir da ingestão do mel (STUPIELLO, 2022).

Levando em conta as características nutricionais do mel e a constante procura por esse produto, torna-se importante a determinação de minerais em sua composição, tendo em vista que seu consumo pode auxiliar na ingestão de elementos essenciais à saúde. Para que essa análise elementar seja eficiente, é necessário desenvolver um planejamento estatístico experimental, a fim de otimizar as condições do preparo de amostras e atingir resultados mais confiáveis além de auxiliar na economia de tempo e custos de análise (NOVAES, 2017).

Em busca de um método de preparo de amostras que seja rápido, de baixo custo e que respeite os princípios da química verde, pode-se utilizar a extração assistida por ultrassom que é um método brando e seguro, além de utilizar menos reagentes, o que auxilia na diminuição de custos e no aumento da vida útil dos equipamentos utilizados (KORN, 2016). Para a determinação elementar, a Espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por micro-ondas (MIP OES) tem sido bastante aplicada, pois trata-se de uma técnica multielementar que utiliza o nitrogênio removido da atmosfera para a manutenção do seu plasma, sendo um instrumento de fácil manuseio e boa sensibilidade. Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo apresentar os estudos do desenvolvimento de um método de extração ácida assistida por ultrassom, através de um planejamento estatístico experimental, para posterior determinação de elementos essenciais e potencialmente tóxicos em amostras de méis.

2. METODOLOGIA

Para o desenvolvimento do método foi utilizada uma amostra de mel (não industrializado) obtida no comércio de Pelotas. Para o desenvolvimento do método, foram utilizados tubos de borossilicato, com tampas rosqueáveis e vedação de



PTFE e um banho ultrassônico modelo Elmasonic S 40 H (Elma, Alemanha), com potência de 560 W e frequência de 37 kHz.

Para a obtenção das melhores condições do método de extração ácida utilizando o banho ultrassônico, um planejamento fatorial do tipo delineamento composto central (DCC) com 2^3 com 6 pontos axiais e 6 réplicas do ponto central, foi aplicado. Todas as medidas foram realizadas em duplicatas. As seguintes variáveis independentes foram investigadas: temperatura do banho ultrassônico; tempo de sonificação e volume de HNO_3 que foi completado até 5 mL com H_2O_2 (solução de extração 5 mL, proporção $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$) variando como demonstrado na Tabela 1. Além disso, as variáveis dependentes porcentagem de carbono decomposto, sólido decomposto e pH foram utilizadas para avaliação dos resultados.

Tabela 1. Variáveis e níveis do planejamento fatorial empregados para a otimização das condições de preparo das amostras usando banho ultrassônico.

Variáveis	Níveis				
	-1,68	-1	0	1	1,68
Volume de HNO_3 (mL)	0,2	0,5649	1,1	1,6351	2
Tempo (min)	60	96,486	150	203,51	240
Temperatura (°C)	25	36,148	52,5	68,852	80

Todas as amostras, depois de digeridas, foram avolumadas a 15 mL com água desionizada para análise de carbono decomposto pela técnica de MIP OES. Para análise de sólido decomposto e pH se utilizou métodos descritos pelo Instituto Adolf Lutz (2008).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através do planejamento fatorial aplicado, foram obtidos gráficos de Pareto e de superfície de resposta (através da análise de variância) para todas as respostas investigadas, as quais foram porcentagem de carbono decomposto, de sólido decomposto e pH. Para a resposta de porcentagem de sólido decomposto, o gráfico de Pareto demonstra, com 95% de confiança, que a única variável significativa é o volume de HNO_3 , possuindo um efeito linear e quadrático negativos, evidenciando que menores quantidades de ácido favorecem essa resposta, como demonstrado na Figura 1.

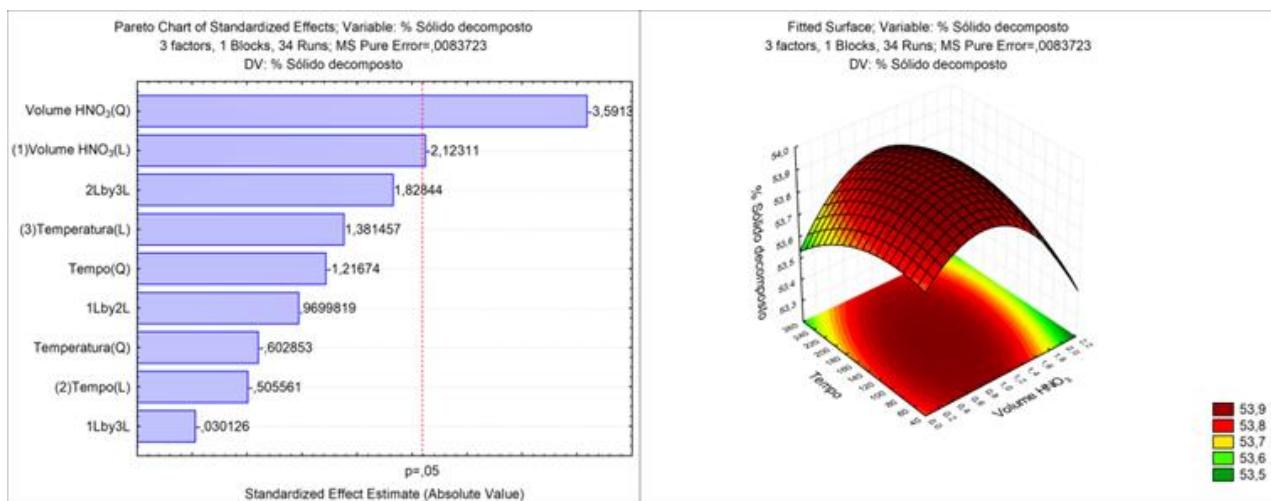


Figura 1. Respostas da variável porcentagem de sólido decomposto.
Fonte: autor.

Para a resposta de porcentagem de carbono decomposto, é possível perceber através do gráfico de Pareto e das superfícies de resposta, apresentados na Figura 2, que o tempo, a temperatura e o volume de HNO_3 são variáveis significativas, tendo seus efeitos lineares e quadráticos positivos, indicando que maiores valores dessas condições favorecem a decomposição. Porém, a variável volume de HNO_3 apresentou efeito quadrático negativo, o que demonstra que se pode utilizar menores valores deste reagente pois interfere de forma positiva, até certo ponto, a eficiência da extração. Além disso, o efeito da interação 2 e 3 foi significativa e positiva, ou seja, há sinergia entre as variáveis tempo e temperatura, também há sinergia no efeito das interações entre volume de HNO_3 e temperatura e entre volume de HNO_3 e tempo.

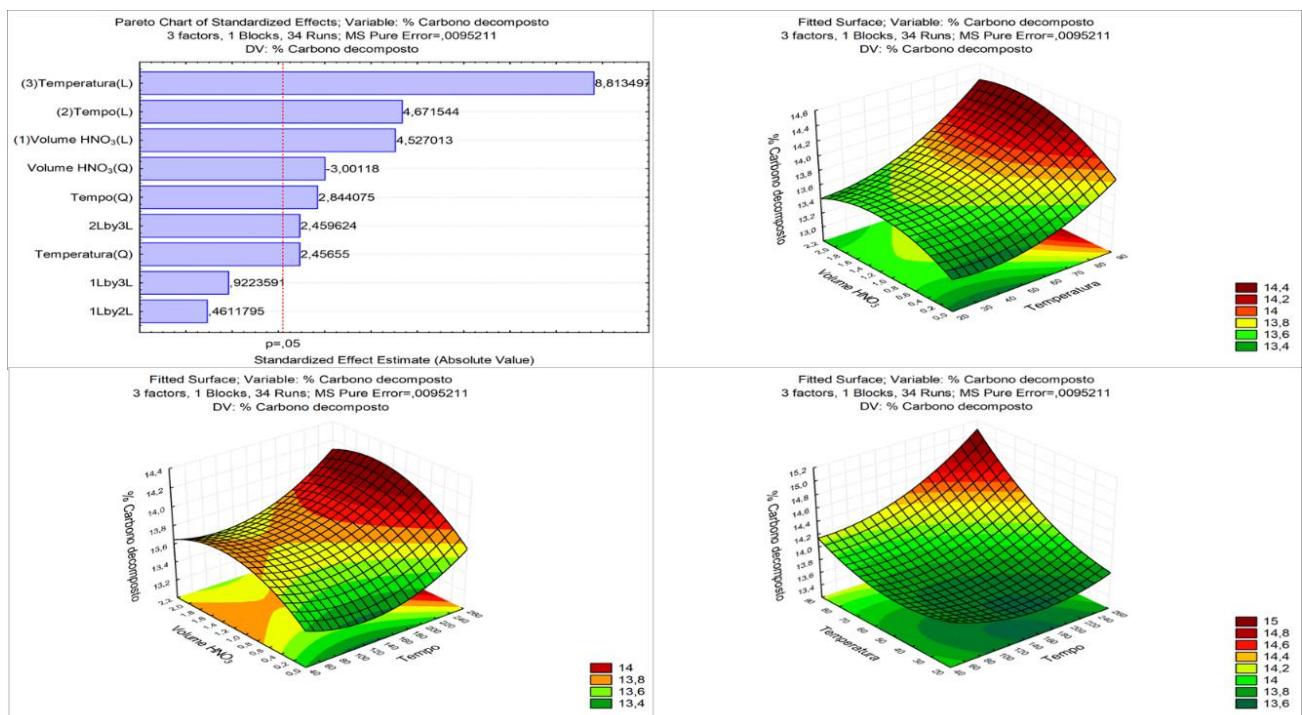


Figura 2. Respostas da variável porcentagem de carbono decomposto

Por fim, para as respostas de acidez, expressa em pH residual, a única variável significativa é o volume de HNO_3 que possui efeito linear negativo e quadrático positivo, ou seja, a utilização de menores quantidades deste reagente favorece o aumento do pH na decomposição, como demonstrado na Figura 3.

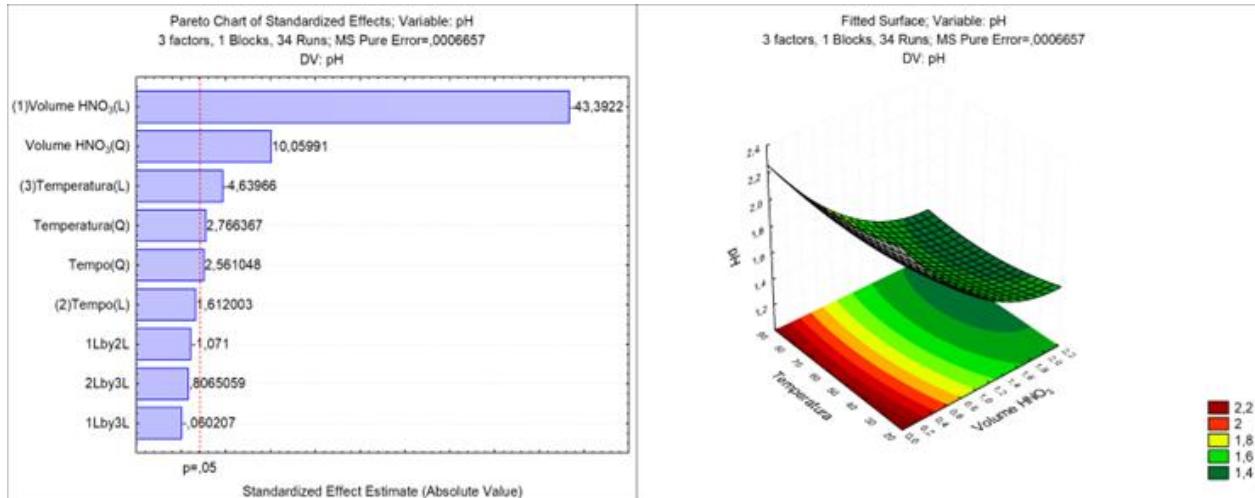


Figura 3. Respostas da variável pH.

Através das análises realizadas com o planejamento factorial em amostras de méis, pode-se concluir que as melhores condições obtidas para extração ácida assistida por ultrassom para massa de 600 mg foram de, 0,56 mL de HNO₃, 4,5 mL de H₂O₂ a 68 °C por um tempo de 203 min. Essas condições foram comprovadas através da comparação entre os valores preditos pelo modelo com os valores obtidos experimentalmente, que se mostraram sem diferença significativa a 95% de confiança.

4. CONCLUSÕES

Conclui-se que o uso de ferramentas estatísticas para obtenção de melhores condições de preparo de amostras é importante para a realização de extrações mais rápidas e eficientes que promovem a economia de reagentes e menor geração de resíduos, auxiliando na segurança do analista além de cooperar com os princípios da química verde. Sendo possível a obtenção de um método de preparo de amostras de méis com baixos teores de sólidos, acides e carbonos residuais. Dando continuidade ao trabalho, o método desenvolvido será aplicado para a determinação elementar em diferentes amostras de mel pela técnica de MIP OES.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- KORN, Mauro. Ultrassons para preparo de amostras. **Universidade de São Paulo**, 2016.
- Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4^aed., São Paulo, 2008.
- NOVAES, C. G.; YAMAKI, R. T.; de PAULA, V. F.; do NASCIMENTO, J. B. B.; Barreto, J. A.; Valasques, G. S.; Bezerra, M. A. Otimização de Métodos Analíticos Usando Metodologia de Superfícies De Resposta - Parte I: Variáveis de Processo. **Virtual Quim.**, 2017, 9 (3), 1184-1215.
- STUPIELLO, Bruna. Mel: 7 benefícios, propriedades e opções para consumir. **Minha vida**, 18 nov. 2022. Disponível em: Mel: 7 benefícios, propriedades e opções para consumir - Minha Vida. Acesso em: 29 mar. 2023.