

Determinação de dezesseis hidrocarbonetos policíclicos aromáticos em café torrado: ensaios preliminares de extração e purificação

Rafael Pissinatti^{1,2}(PG), Renata F. C. Belo²(PQ), Daniella V. Augusti²(PQ), Rodinei Augusti³ (PQ)*, Carolina M. Nunes²(TC), Roberto G. Junqueira¹(PQ), Scheilla V. C. de Souza¹(PQ).

¹ Faculdade de Farmácia (FAFAR), Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Av. Antônio Carlos, 6627, Pampulha, CEP 31.270-901, Belo Horizonte-MG, Brasil.

² Laboratório Nacional Agropecuário de Minas Gerais (LANAGRO-MG), Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), Av. Rômulo Joviano, S/N, CEP 31270-440, Pedro Leopoldo-MG, Brasil.

³ Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte-MG, Brasil.

E-mail: augusti@ufmg.br

Palavras Chave: HPAs, café, contaminantes orgânicos, EFS

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) compreendem uma classe de compostos orgânicos provenientes da pirólise ou combustão incompleta da matéria orgânica, podendo apresentar características carcinogênicas¹. Nesse contexto, dezesseis HPAs são considerados prioritários pela US-EPA (naftaleno, acenaftileno, acenafteno, fluoreno, fenantreno, antraceno, fluoranteno, pireno, benzo(a)antraceno, criseno, benzo(b)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno, benzo(a)pireno, indeno(1,2,3-cd)pireno, dibenzo(ah)antraceno, benzo(g,h,i)perileno)².

A presença de HPAs no café pode ser atribuída à contaminação dos grãos verdes ou, principalmente, à formação durante o processo de secagem e torrefação³.

Um método para determinação dos dezesseis HPAs prioritários em café torrado está sendo otimizado para posterior validação e implantação nas atividades de monitoramento dos laboratórios oficiais do MAPA.

Os procedimentos de extração de métodos descritos na literatura^{3,4} foram adaptados para melhor rapidez e emprego de menores quantidades de solventes. Amostras de café torrado (10g) foram adicionadas de um padrão interno C¹³ marcado correspondente a cada analito estudado no nível de 1µg/Kg, em três replicatas.

A extração dos HPAs foi realizada por Soxhlet e a purificação em cartuchos de extração em fase sólida (SPE). Foram avaliadas as condições de uso do Soxhlet (Soxtec 2050-Foss), assim como o uso de acetona e hexano como solvente extrator. Na condição de extração selecionada foram estudados os adsorventes de SPE C18 500mg, florisil 500mg e sílica 1g, 2g e 5g. Em seguida, foram avaliados volumes de eluição de 20, 35, 50, 65 e 80mL para o adsorvente considerado mais eficaz.

Os eluatos foram evaporados sob fluxo de nitrogênio e aquecimento a 40 °C e retomados com o padrão PCB 202 C¹³ antes da injeção no CG-EM (Focus/DSQ-Thermo), cujas condições cromatográficas e faixas lineares foram previamente estabelecidas com curvas de 0,25 a 1,5 µg/Kg⁵.

Resultados e Discussão

Não houve diferença significativa entre o percentual médio de gordura extraído da amostra de café com acetona (120°C/30min) e hexano (140°C/40min) (p>0,05). Contudo, os extratos obtidos pelo uso do hexano apresentaram-se mais claros, facilitando a etapa subsequente de purificação. Foi necessária a incorporação de uma etapa de partição com o uso do solvente n-n-dimetilformamida, seletivo para compostos aromáticos.

Na etapa de SPE, os cartuchos de florisil e C18 não foram eficazes para purificação dos extratos, cujos eluatos apresentaram-se escuros. O cartucho com sílica apresentou melhor capacidade de retenção de interferentes, porém o cartucho com 1g de sílica não promoveu completa purificação dos extratos. Foram então preparadas colunas com 2g e 5g de sílica em seringas de vidro (10mL, diâmetro interno de 15mm), sendo que para a coluna de 5g foram observados maior poder de retenção de interferentes, cromatogramas com menor supressão de sinal e menor quantidade de picos interferentes. O volume de eluição foi otimizado para 50 mL de hexano. A recuperação dos HPAs, com base na razão de área do padrão interno e padrão de seringa ficou entre 52% e 104%, exceto para os HPAs de menor massa molecular.

Conclusões

Os experimentos indicaram o hexano como solvente e extrator mais adequado e coluna de SPE com 5g de sílica e volume de eluição de 50mL como condições eficazes para a purificação dos extratos de café torrado destinados à determinação de HPAs.

¹ IARC. IARC Scientific Publications n° 148. Lyon: International Agency for Research on Cancer. World Health Organization, p. 505, 1999.

² EPA. EPA 440/5-86-001. US, Washington, DC, 1986.

³ Houessou, J.K.; Maloug, S.; Leveque, A.S.; Delteil, C.; Heyd, B.; Camel, V. *J. Agric. Food Chem.*, v. 55, p. 9719-9726, 2007.

⁴ Badolato, E.S.G.; Martins M.S.; Pimentel, S.A.; Alaburda J; Kumagai, E.E.; Baptista, G.G.; Rosnethal, A. *J. Braz. Chem. Soc.*, v. 17, n. 5, p. 989-993, 2006.

⁵ Souza, S.V.C.; Junqueira, R.G. *Analytica Chimica Acta*, v. 552; p. 25-35, 2005.