

Metodologia eletroanalítica otimizada para quantificação de ocratoxina A em amostras de café utilizando eletrodo impresso comercial.

Jane Schneider de Medeiros¹ (PQ)*, Jairo Pinto de Oliveira² (PQ), Helder Knidel³ (PQ), José Guilherme Aquino Rodrigues¹ (PQ), Rafael de Queiroz Ferreira¹ (PQ).

jane.medeiros@ufes.br

¹Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil.

²Departamento de Morfologia, Centro de Ciências da Saúde, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil.

³Grupo Kaffee, Marechal Floriano-ES, Brasil.

Palavras-Chave: ocratoxina A, voltametria, eletrodo impresso, surfactante catiônico, café, segurança alimentar

Introdução

A ocratoxina A (OTA) é uma micotoxina com potencial nefrotóxico e carcinogênico, com presença recorrente em alimentos como grãos e café, representando um risco à saúde pública¹⁻³. Métodos tradicionais de detecção, como a cromatografia, são caros e complexos³. Diante disso, este trabalho teve como objetivo desenvolver uma metodologia eletroanalítica de baixo custo, rápida e sensível para detectar e quantificar OTA em café torrado e moído, utilizando eletrodos impressos (*screen-printed electrode*, SPE) de negro de fumo (*carbon black*, CB) e grafite (G) modificados *in situ* com brometo de cetiltrimetilamônio (*cetyltrimethylammonium bromide*, CTAB), para detecção de OTA em café. A técnica empregada foi a voltametria de redissolução adsorptiva com pulso diferencial (*adsorptive stripping differential pulse voltammetry*, AdSDPV), cujos parâmetros foram otimizados para maximizar a sensibilidade em matriz complexa.

Resultados e Discussão

O SPE foi caracterizado por espectroscopia Raman demonstrando a presença de CB e G na composição do eletrodo de trabalho. O comportamento eletroquímico da OTA no SPE CB-G foi investigado por voltametria cíclica, que demonstrou um processo de oxidação irreversível dependente do pH. O tampão fosfato (PB) 0,2 mol L⁻¹ em pH 7,0 foi selecionado como a condição ideal, pois favorece a interação eletrostática entre as formas aniônicas da OTA e a monocamada de CTAB na superfície do eletrodo. Por meio de um planejamento composto central, os parâmetros da AdSDPV foram otimizados, definindo-se um tempo de deposição (t_{dep}) de 205 s e uma concentração de CTAB de 80 $\mu\text{mol L}^{-1}$ como as condições que maximizam a corrente de pico (I_p). Sob essas condições, o método foi aplicado diretamente em extrato de café. A curva de calibração demonstrou excelente linearidade ($R^2 = 0,994$) na faixa de concentração de 10,0 a 210,0 ng mL⁻¹. O método alcançou um limite de detecção (LD) de 2,70 ng mL⁻¹ e um limite de quantificação (LQ) de 8,20 ng mL⁻¹ na matriz de café, valores que atendem aos limites regulatórios da Anvisa⁴ (10 $\mu\text{g kg}^{-1}$) e da União Europeia⁵ (3 $\mu\text{g kg}^{-1}$). Os ensaios de recuperação em café apresentaram resultados entre 94,64 e 109,86%, demonstrando a exatidão do método. A presença do CTAB foi fundamental para minimizar as interferências da matriz e amplificar o sinal da OTA.

Conclusões

A metodologia eletroanalítica desenvolvida demonstrou ser uma alternativa robusta, de baixo custo, sensível e seletiva para a quantificação de OTA em matrizes complexas como o café. A combinação do SPE CB-G com o surfactante CTAB, e a otimização dos parâmetros da AdSDPV, permitiram alcançar limites de detecção compatíveis com as legislações vigentes, demonstrando que a proposta metodológica representa um avanço em direção a métodos acessíveis e sustentáveis para segurança alimentar.

Agradecimentos

FAPES (T.O.: 1205/2022 P 2023-T2K1K), Indústria de Alimentos Santa Maria Ltda, LNF/CCS/UFES, DQUI/CCE/UFES, LabPetro e NCQP.

¹ Oliveira, S. C. B.; Diculescu, V. C.; Paleschi, G.; Compagnone, D. e Oliveira-Brett, A. M. *Anal Chim Acta* 588, 283–291, 2007.

² Sultana, A.; Sazawa, K.; Okazaki, T.; Islam, Md. S.; Hata, N.; Sugawara, K.; Kuramitz, H. *Electroanalysis*, 30 (10), 2265–2272, 2018.

³ Arteshi, Y.; Lima, D.; Tittlemier, S. A.; Kuss, S. *Bioelectrochemistry*, 152, 108451, 2023.

⁴ Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). *Instrução Normativa (IN) nº 160, de 1º de julho de 2022*. 1–33, 2022.

⁵ European Communities. Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023, *Official Journal of the European Union* L119, 103–157, 2023.