

Extração ácida assistida por ultrassom para determinação de Ca, Co, Cu, Mn, Sr e Zn em amostras de lúpulo peletizado

Carolina S. Provete^{1*} (PG), Amanda Bolsoni¹ (PG), Maria Tereza W. D. Carneiro¹ (PQ), Juliano S. Ribeiro² (PQ), Geisamanda P. Brandão¹ (PQ)

cprovete@hotmail.com

¹LEA, Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Goiabeiras, Vitória, ES, Brasil. ²Lacemp, Coordenação do Profqui, Instituto Federal do Espírito Santo, Vila Velha, ES, Brasil.

Palavras-Chave: Lúpulo, Planejamento Experimental, Preparo de Amostras, Espectrometria Atômica.

Introdução

O lúpulo (*Humulus lupulus*), matéria-prima essencial na produção de cerveja, é amplamente estudado principalmente por apresentar em seus cones femininos compostos orgânicos que conferem características sensoriais desejáveis.¹ A quantificação de elementos inorgânicos nesses cones, usado na busca em diferenciar variedades e origens geográficas, tem sido realizada por espectrometria atômica, mas ainda não há consenso sobre o preparo das amostras²⁻⁴. Métodos convencionais envolvem o uso de ácidos concentrados e/ou decomposição assistida por micro-ondas (MW). Este estudo propõe uma metodologia de extração ácida assistida por ultrassom (US), buscando menor consumo de reagentes e aparatos mais acessíveis, para determinação de Ca, Co, Cu, K, Mg, Mn, Ni, Sr e Zn em amostras de lúpulo peletizado.

Resultados e Discussão

Para os estudos foi utilizada uma amostra de lúpulo da variedade *Cascade* peletizada. A amostra foi submetida a uma decomposição assistida por radiação MW, com 7 mL de HNO₃ concentrado e 1 mL de H₂O₂. A decomposição foi verificada com teste de adição e recuperação (85 a 121%). Foram determinados os analitos Co, Cu e Ni por espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), Ca, Mg, Mn, Sr e Zn por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) e K por espectrometria de absorção atômica em chama (F AAS). As concentrações obtidas pela decomposição foram utilizadas 100% para cálculo de recuperação dos resultados com a extração ácida assistida por US. Para a otimização dos parâmetros da metodologia de extração, foi realizada um Planejamento Fatorial 2⁴ com as variáveis: massa da amostra (m_{am}), concentração de HNO₃ (C_{ac}), tempo de sonicação (t_{us}) e temperatura do banho ultrassom (T_{us}). A partir do cálculo da desejabilidade global (para analitos com $d_i \neq 0$) verificou-se que as variáveis t_{us} e T_{us} não foram significativas (95% de confiança). Já com a avaliação individual dos analitos, T_{us} se mostrou significativa para Co e Cu, assim como a interação de segunda ordem $C_{ac} \times T_{us}$ para Ni. Como estes analitos encontram-se em concentrações mais baixas (<5 mg kg⁻¹), optou-se por otimizar a variável T_{us} . Apesar da variável m_{am} ser significativa, os resultados indicaram que massas menores resultam em uma melhor extração. Para não perder sensibilidade nem aumentar o limite de quantificação, foi utilizada a massa de 200 mg para a otimização. Desta maneira, foram otimizadas as variáveis C_{ac} e T_{us} com um Planejamento Composto Central 2² com ponto axial. Os resultados com a desejabilidade global (para analitos com $d_i \neq 0$) indicaram que maiores C_{ac} e T_{us} fornecem uma melhor extração para a maioria dos analitos (exceto Ni que já é extraído com eficácia em temperaturas mais baixas). A partir desses resultados, foram definidos os valores de 75% para C_{ac} e de 70°C para T_{us} (parâmetros do nível +1 para ambas as variáveis). Para a amostra avaliada, foi obtida recuperação adequada para Ca, Co, Cu, Mn, Sr e Zn.

Conclusões

A extração ácida assistida por US demonstrou-se viável para a quantificação simultânea de Ca, Co, Cu, Mn, Sr e Zn em lúpulo, oferecendo desempenho comparável à decomposição assistida por radiação MW. Apesar de requerer 75% de HNO₃, o método proposto apresenta menor custo operacional e maior frequência analítica do que a decomposição assistida por radiação MW.

Agradecimentos

LABPETRO, CAPES, CNPq, FAPES.

¹Durello, R.S., Silva, L.M., Bogusz Jr., S.B., Quím. Nova. 42, 900–919, 2019.

²Pepi S., Chicca, M., Telloli, C., Di Roma, A., Grisenti, P., Tessari, U., Vaccaro, C. Environ. Geochem. Health. 41, 1559–1576, 2019.

³Liu, Z., Wang, Y., Liu, Y. Food Chem. 289, 522–530, 2019.

⁴Lafontaine S., Thomson, D., Schubert, C., Müller, I., Kyle, M., Biendl, M., Conn, S., Schüll, F., Lutz, A., Ligare, M., Hale, A., Thörner, S., Rettberg, N. Food Chem. 395, 133543, 2022.