

## **AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA DE DIFERENTES SORVENTES NA ETAPA DE LIMPEZA (d-SPE) DE EXTRATOS DE PIMENTA (*CAPSICUM BACCATUM* L.) SUBMETIDOS A DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS**

Bruna Cristina Bernardi (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Carina Alexandra Rodrigues (coorientadora), Jesuí Vergílio Visentainer, Liane Maldaner (Orientadora), e-mail: brunaacbernardi@gmail.com

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas/Maringá, PR

**Ciências Exatas e da Terra / Química / Química Analítica**

**Palavras-chave:** gravimetria, espectrofotometria, interferentes.

### **Resumo:**

Neste projeto, avaliou-se a eficiência de diferentes sorventes e/ou diferentes combinações de sorventes na etapa de limpeza em extratos de pimenta da variedade dedo-de-moça (*Capsicum baccatum* L.). Para a extração dos compostos fenólicos, foi aplicada a versão acetato do método  $\mu$ -QuEChERS, (do inglês, *Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe*), seguida da otimização da etapa de limpeza, a qual foi realizada pelo emprego da extração em fase sólida dispersiva, (d-SPE, do inglês, *dispersive solid-phase extraction*). Para a avaliação da eficiência da etapa de limpeza foram empregadas análises espectrofotométricas e gravimétricas para avaliar o melhor sorvente e/ou combinação de sorventes para a remoção dos interferentes, sendo eles, os carotenoides e os co-extrativos não voláteis. O método  $\mu$ -QuEChERS acetato seguido da etapa de limpeza d-SPE, utilizando 12,5 mg de amina primária secundária (PSA) e 3,1 mg de carbono grafitizado (GCB), foi a condição que apresentou os melhores resultados para a remoção dos carotenoides, avaliada pela redução da absorbância na região de absorção máxima desses compostos, e também para a redução da quantidade dos co-extrativos não voláteis, sendo que o percentual de massa seca remanescente foi de 55%. Assim, pode-se destacar a importância da etapa de limpeza (d-SPE) antes da análise cromatográfica, como forma de garantir a confiabilidade dos dados acerca da composição de compostos fenólicos em extratos de pimenta.

### **Introdução**

As pimentas, pertencentes ao gênero *Capsicum*, constituem um importante segmento no setor da agricultura e da indústria alimentícia, sendo consideradas um dos condimentos picantes mais consumidos no mundo (KOTHARI *et al.*, 2010). Embora o consumo das pimentas esteja principalmente associado ao fato de agregar cor e sabor aos alimentos, estudos têm relatado propriedades biológicas importantes para algumas

espécies de pimentas, como atividade antioxidante, antidiabética e anticâncer que podem estar associadas à presença de compostos fenólicos, além da presença de capsaicinoides, vitaminas e carotenoides (KOTHARI *et al.*, 2010). Visto os efeitos benéficos para a saúde devido ao consumo de compostos antioxidantes, atualmente para a determinação desses compostos em matrizes vegetais complexas, é necessário o emprego de técnicas de preparo de amostra eficientes, de modo a garantir a extração seletiva desses analitos, apresentando baixo custo e redução na geração de resíduos, bem como, a remoção dos interferentes presentes nessas matrizes a partir do emprego de uma etapa de limpeza (CASADO *et al.*, 2020).

Dentre as técnicas empregadas na etapa de limpeza, podemos destacar a extração em fase sólida dispersiva (d-SPE, do inglês *dispersive solid-phase extraction*), a qual consiste na adição de pequenas quantidades de sorventes a uma alíquota do extrato da amostra, seguida da dispersão por agitação em vórtex. Uma vez concluído o processo de dispersão, o sorvente, com os interferentes retidos em sua superfície, é separado por um processo mecânico, como a centrifugação.

Assim, este projeto tem como objetivo principal, a avaliação da eficiência de diferentes sorventes na remoção de interferentes em extratos de pimenta (*Capsicum baccatum* L.), a partir das análises gravimétrica e espectrofotométrica dos extratos, antes e após a etapa de limpeza (d-SPE).

## Materiais e métodos

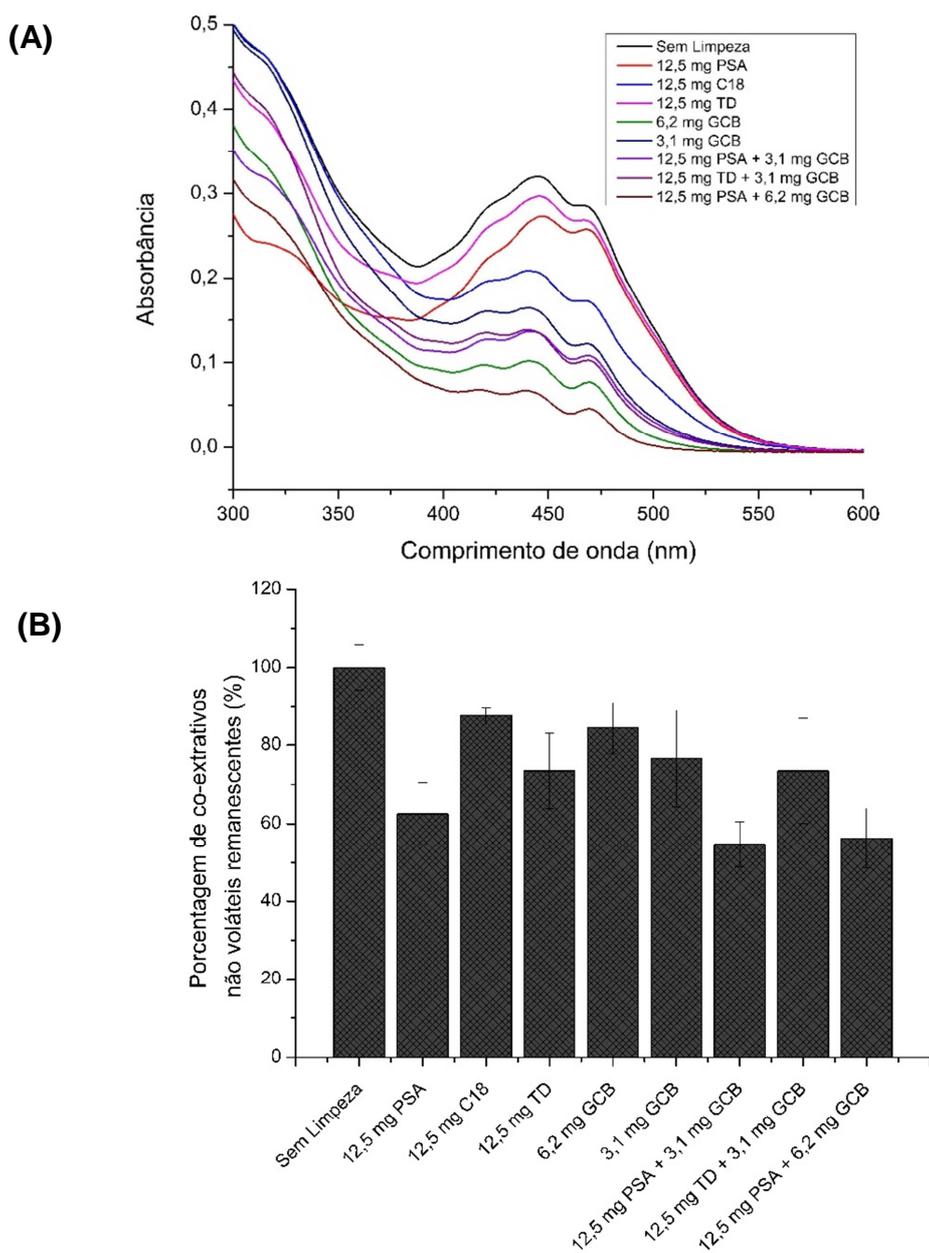
A amostra de pimenta dedo-de-moça pertencente à espécie *Capsicum baccatum* L. foi adquirida na feira do produtor Maringá – Paraná. As pimentas foram lavadas em água corrente, removidas manualmente suas sementes, picadas, trituradas até a obtenção de uma pasta, embaladas à vácuo e armazenadas em freezer a temperatura de -18°C até a realização das análises.

Os extratos de pimenta foram submetidos à extração utilizando o método  $\mu$ -QuEChERS acetato. Para isso, foram adicionados em um tubo de centrífuga de 15,0 mL, 1,0 g de amostra. Em seguida, foi adicionado 1,0 mL de acetonitrila acidificada com 1% de ácido acético (v/v), e os tubos foram agitados em vórtex durante 1 min. Na etapa de partição, foram adicionados 0,4 g de sulfato de magnésio anidro (MgSO<sub>4</sub>) e 0,1 g de acetato de sódio (CH<sub>3</sub>COONa) e os tubos foram agitados novamente em vórtex por 1 min e imediatamente centrifugados por 10 min a 5000 rpm. Os extratos obtidos na etapa anterior, foram submetidos a etapa de limpeza (d-SPE). Para isso, 800  $\mu$ L do sobrenadante foi transferido para um tubo de centrífuga de 15,0 mL contendo previamente os diferentes sorventes: (T1) 12,5 mg de amina primária e secundária (PSA); (T2) 12,5 mg de octadecilsilano (C18); (T3) 12,5 mg de terra diatomácea (TD); (T4) 6,2 mg de carbono grafitizado (GCB); (T5) 3,1 mg de GCB; (T6) 12,5 mg de PSA + 3,1 mg de GCB; (T7) 12,5 mg de TD + 3,1 mg de GCB; e (T8) 12,5 mg de PSA + 6,2 mg de GCB. Em seguida, a mistura (extrato + sorvente) foi agitada em vórtex por 1 min e centrifugada por 10 min a 5000 rpm. Por fim, a alíquota resultante foi

utilizada para a avaliação da eficiência da limpeza por análise gravimétrica (massa seca remanescente) e análise espectrofotométrica com varredura no intervalo de comprimento de onda de 300 a 800 nm.

## Resultados e Discussão

Os resultados obtidos a partir da análise espectrofotométrica e gravimétrica dos extratos de pimenta, antes e após a etapa de limpeza (d-SPE), estão apresentados na **Figura 1**.



**Figura 1:** Avaliação da eficiência da etapa de limpeza (d-SPE) do método  $\mu$ -QuEChERS acetato empregando (A) análise espectrofotométrica e (B) análise gravimétrica.

Analisando-se a **Figura 1 (A)**, pode-se observar que todos os extratos apresentaram uma redução na quantidade de pigmentos (carotenoides) após a etapa de limpeza, uma vez que houve uma redução da absorbância na região de absorção máxima desses compostos (400 - 500 nm). Entretanto, pode-se destacar a eficiência do sorvente GCB na remoção desses pigmentos, visto que houve uma redução significativa na região de absorção máxima para os extratos nos quais o GCB foi utilizado quando comparado à absorção do extrato sem limpeza e aqueles em que o GCB não foi empregado.

Em relação à análise gravimétrica (**Figura 1 (B)**), podemos observar que todos os extratos apresentaram uma redução no conteúdo de co-extrativos não voláteis remanescentes após a etapa de limpeza. A massa seca remanescente variou de 55% a 87%, quando comparada ao extrato sem limpeza (100% de co-extrativos remanescentes). Porém, a redução mais efetiva pode ser observada para os extratos em que o sorvente PSA foi utilizado sozinho ou combinado com o sorvente GCB, os quais apresentaram um percentual de interferentes remanescentes que variou de 55% a 62%, ou seja, apresentaram os maiores percentuais de remoção de co-extrativos não voláteis remanescentes. Sendo assim, a combinação de 12,5 mg de PSA com 3,1 mg de GCB foi a condição avaliada que forneceu os melhores resultados de remoção de carotenoides e de co-extrativos não voláteis no extrato de pimenta avaliado.

## Conclusões

A partir dos resultados obtidos, foi possível concluir que o método  $\mu$ -QuEChERS acetato combinado com uma etapa de limpeza (d-SPE) empregando a combinação dos sorventes PSA e GCB se mostrou eficiente para a remoção de interferentes, como os carotenoides e os co-extrativos não voláteis, presentes na amostra de pimenta dedo-de-moça (*Capsicum baccatum* L.). Sendo assim, a condição de limpeza (d-SPE) otimizada nesse trabalho pode ser aplicada na quantificação de compostos fenólicos utilizando as técnicas cromatográficas.

## Agradecimentos

Agradeço à UEM, CAPES, CNPq, Fundação Araucária, APLE-A e DQI-UEM.

## Referências

CASADO, N., MORANTE-ZARCERO, S., PÉREZ-QUINTANILLA, P., CÂMARA, J. S., SIERRA, I. Two novel strategies in food sample preparation for the analysis of dietary polyphenols. **Trends in Food Science & Technology**, v.98, p.167-180, 2020.

KOTHARI, S.L.; JOSHI, A.; KACHHWAHA, S.; OCHOA-ALEJO, N. Chilli peppers: A review on tissue culture and transgenesis. **Biotechnology Advances**, v.28, p.35-48, 2010.