

ESTUDO COMPARATIVO DE MÉTODOS PARA EXTRAÇÃO DE CAFEÍNA EM CAFÉS DESCAFEINADOS

Márcia Regina Pennacino do AMARAL-MELLO¹, E-mail: mrmello@ial.sp.gov.br; Regina Sorrentino MINAZZI-RODRIGUES¹; Simone Alves da SILVA¹; Vera Lúcia S. RAMON¹

¹Instituto Adolfo Lutz, Divisão de Bromatologia e Química, Seção de Óleos e Gorduras. Av. Dr. Arnaldo, 355 - CEP 01246-902 - São Paulo - SP.

Resumo:

O trabalho teve como objetivo a comparação de métodos de extração para determinação de cafeína em cafés descafeinados comercializados no município de São Paulo. Os métodos estudados foram: a) método descrito no livro Métodos Físico-Químicos para Análises de Alimentos, do Instituto Adolfo Lutz (I.A.L.), que emprega extração ácida de cafeína; e b) método de Lee Kum-Tatt modificado, que utiliza extração básica. Ambos empregaram para dosagem de cafeína a medida espectrofotométrica na região do ultravioleta. Verificou-se através dos dados obtidos que o método de Lee Kum-Tatt modificado apresentou resultados com menor desvio-padrão; além disso, revelou ser mais apropriado pela rapidez e operacionalidade. O método I.A.L. apresentou grande variabilidade entre os resultados, portanto maior desvio-padrão, e teores de cafeína cerca de quatro vezes maiores que o método Lee Kum-Tatt modificado.

Palavras-chave: café descafeinado; cafeína; espectrofotometria.

COMPARATIVE STUDY OF EXTRACTION METHODS OF CAFFEINE IN DECAFFEINATED COFFEE

Abstract:

The aim of the present work was to compare extraction methods to determine caffeine in decaffeinated coffees purchased in São Paulo city. The methods studied were: a) method described in Métodos Físico-Químicos para Análises de Alimentos, Instituto Adolfo Lutz (I.A.L.), based in acid extraction of caffeine; and b) the Lee Kum-Tatt modified method, based in basic extraction. In both cases, the quantitation of caffeine was made through spectrophotometric measure in UV region. The results showed that Lee Kum-Tatt modified method presented lower standard deviations; also revealed to be more suitable for its rapidity and operationality. The results obtained with I.A.L. method presented great variability and higher standard deviations, beyond the concentration of caffeine was four times greater than those obtained through Lee Kum-Tatt method.

Key words: decaffeinated coffee; caffeine; spectrophotometry.

Introdução

O café talvez seja uma das bebidas mais conhecidas e apreciadas em todo o mundo¹. Hoje o Brasil é o segundo maior consumidor de café, perdendo apenas para os Estados Unidos. O consumo tem crescido em ritmo acelerado de 3% ao ano, acima da média internacional, que é de 1,5%, segundo estimativa da Organização Internacional do Café¹⁰.

A cafeína, quimicamente denominada por 1,3,7 – trimetilxantina, é um constituinte natural do café, conhecida largamente por sua propriedade estimulante no sistema nervoso central e cardíaco. A forma como atua no organismo não está cientificamente clara: o consumo em altas concentrações pode causar efeitos indesejáveis como arritmia cardíaca, excitação, náuseas e acidez gástrica². Alguns estudos demonstram que grandes quantidades de cafeína têm efeitos negativos sobre a tensão pré-menstrual, na gravidez, promovendo problemas de infertilidade e até câncer⁹.

Desta forma, cafés com baixo teor de cafeína, chamados descafeinados, foram desenvolvidos como alternativa para consumo. Vários processos podem ser empregados para a retirada da cafeína nos grãos de café, antes da torrefação, como o da água-carbono, diclorometano, acetato de etila e com fluido supercrítico de dióxido de carbono. O mais utilizado emprega o bombeamento dos grãos com o solvente diclorometano, de forma contínua por extratores em série, seguidos de secagem. Após este processo, os grãos são torrados e posteriormente moídos para então o produto ser empacotado. A cafeína é isolada e vendida para a indústria farmacêutica e o diclorometano reutilizado para posterior descafeinação⁶.

O teor de cafeína em café descafeinado pode variar de 0,1% a 0,3%, dependendo do tipo. A Resolução RDC nº277, de 22/09/2005, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA/MS), é a legislação brasileira que regulamenta produtos como café, cevada, chá, erva-mate e produtos solúveis⁵. Esta estabelece o teor de cafeína máximo permitido para produtos descafeinados de 0,1% (g/100g) e para produtos solúveis o valor de 0,3% (g/100g).

Muitos métodos são citados na literatura para extração da cafeína em café e sua quantificação por meio de determinação espectrofotométrica na região do ultravioleta^{1,7,8,9} e cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC)^{2,3,4}. No entanto, a determinação espectrofotométrica tem-se mostrado seletiva, simples e rápida.

O presente trabalho teve como objetivo a comparação de métodos para extração e determinação do teor de cafeína em amostras de café descafeinado, através de um estudo comparativo entre o método I.A.L., descrito no livro Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos do Instituto Adolfo Lutz⁷, baseado em extração ácida, e o método de Lee Kum-Tatt, baseado em extração alcalina, com modificações por Amaral-Mello¹.

Material e Métodos

Foram analisadas sete amostras de cafés descafeinados, de quatro diferentes marcas codificadas como A, B, C e D, comercializadas no município de São Paulo, distribuídas de acordo com a forma de apresentação: quatro amostras de café torrado e moído, duas amostras de café solúvel e uma amostra de café torrado em grão.

Realizou-se um estudo comparativo entre dois métodos de extração de cafeína, método I.A.L.⁷ e método de Lee Kum-Tatt modificado¹. O método I.A.L. baseia-se em uma extração ácida na qual a amostra é submetida a uma carbonização seletiva da matéria orgânica com ácido sulfúrico sob aquecimento para liberação da cafeína e extração da mesma com clorofórmio. No método de Lee Kum-Tatt modificado, a amostra é submetida a uma extração alcalina, a quente, com solução de hidróxido de amônio e clorofórmio, seguida de passagem por coluna empacotada com óxido de alumínio e eluição com clorofórmio.

Para os dois métodos, a partir da extração, evapora-se o clorofórmio. O resíduo obtido (cafeína) é dissolvido em água destilada e quantificado por leitura espectrofotométrica a 274 nm utilizando curva-padrão previamente estabelecida. Todas as amostras foram analisadas em duplicata.

Resultados e Discussão

Os resultados da determinação de cafeína nos cafés descafeinados encontram-se relacionados na Tabela 1 e podem ser melhor visualizados na Figura 1.

Os diferentes métodos de extração de cafeína não apresentaram o mesmo desempenho. Verificou-se que o método I.A.L. apresentou valores cerca de quatro vezes maiores que para o método de Lee Kum-Tatt modificado, com grande variabilidade entre os resultados e maior desvio-padrão, todos acima do limite máximo estabelecido pela legislação brasileira.

O mesmo não aconteceu para o método de Lee Kum-Tatt modificado: o desvio-padrão foi menor e os resultados estavam todos dentro do limite máximo estabelecido pela legislação.

Ressalta-se que o mesmo estudo, comparando os métodos I.A.L. e de Lee Kum-Tatt modificado, já havia sido realizado para café torrado e moído e café solúvel, não sendo verificadas diferenças estatisticamente significativas entre os teores de cafeína obtidos por estas metodologias¹. Porém, no presente trabalho, foi observado que, após sofrer o processo de descafeinação, as matrizes apresentaram comportamento diferente frente a aplicação destes métodos. Pode-se supor a presença de interferentes quando o produto é submetido à extração ácida, entretanto esta hipótese necessita estudos mais detalhados que comprovem esta possibilidade.

Sobre a operacionalidade de cada método, o de Lee Kum-Tatt modificado mostrou-se mais simples e rápido que o do I.A.L., pela desvantagem deste incluir etapas de extração de cafeína envolvendo agitação com clorofórmio que o tornam mais demorado.

Tabela 1. Teores de cafeína nas amostras de café descafeinado, obtidos pelos diferentes métodos

	Amostra	Marca	Teor de cafeína (g/100g)				Teor de cafeína permitido por legislação (g/100g)
			Método I.A.L.		Método Lee Kum-Tatt modificado		
			Média	DP	Média	DP	
Café torrado e moído	1	A	0,5	0,11	0,1	0,02	0,1
	2	A	0,4	0,19	0,1	0,01	
	3	B	0,4	0,08	0,1	0	
	4	C	0,4	0,08	0,1	0	
Café solúvel	5	D	0,7	0,02	0,2	0,04	0,3
	6	C	0,7	0,30	0,3	0,01	
Café torrado em grão	7	D	0,4	0,11	0,1	0,01	0,1

DP = desvio-padrão

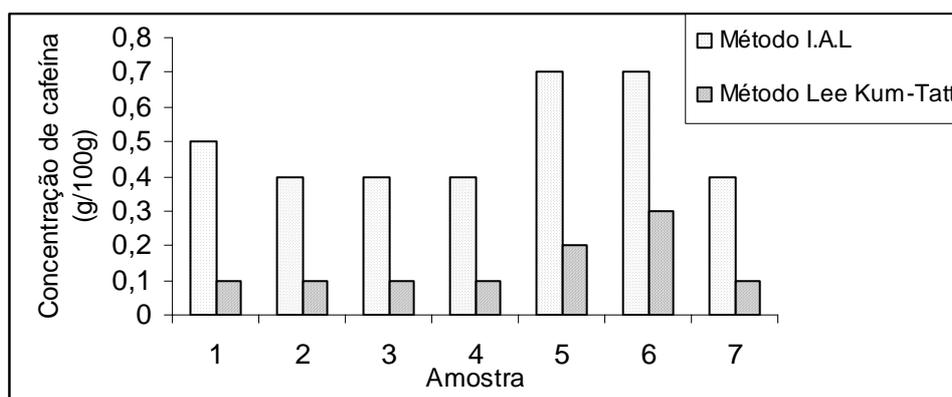


Figura 1– Teores de cafeína em amostras comerciais de café descafeinado

Conclusões

Confrontando os valores de cafeína, verificou-se que o método de Lee Kum-Tatt modificado apresentou resultados com menor desvio padrão que o método do I.A.L. para cafés descafeinados, demonstrando ser mais preciso. Além disso, mostrou-se mais apropriado para análises de rotina pela sua rapidez e operacionalidade. No entanto, mais pesquisas ainda são necessárias para verificar sua empregabilidade, incluindo estudos de recuperação do método e avaliação estatística.

Referências Bibliográficas

- Amaral-Mello, M.R.P.; Minazzi-Rodrigues, R.S.; Carvalho, J.B. de; Shirose, I. (1992). Estudo comparativo de métodos de extração para determinação de cafeína em café. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 52 (1/2): 89-95.
- Aragão, N.M. de; Veloso, M.C.C.; Bispo, M.S.; Ferreira, S.L.C.; Andrade, J.B. de (2005). Multivariate optimisation of the experimental conditions for determination of three methylxanthines by reversed-phase high-performance liquid chromatography. *Talanta*, 67 (5): 1007-13.
- Bastos, D.H.M.; Fornari, A.C.; Queiroz, Y.S. de; Soares, R.A.M.; Torres, E.A.F.S. (2005). The chlorogenic acid and caffeine content of yerba maté (*Ilex paraguariensis*) beverages. *Acta Farm. Bonaerense*, 24 (1): 91-5.
- Berg, R.G.; Murta, A.L.M.; Kugler, W.; Oliveira, P.L.C. (1984). Determinação de cafeína em alguns cafés solúveis brasileiros por cromatografia líquida de alta eficiência. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, 4 (2): 116-21.
- Brasil. Leis, decretos, etc. Resolução nº277 de 22 de setembro de 2005 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária do Ministério da Saúde. Aprova o Regulamento Técnico para café, cevada, chá, erva-mate e produtos solúveis. *Diário Oficial*, Brasília, DF. n. 184. 23 set. 2005. Seção 1. p. 379-80.
- Como é produzido o café descafeinado?* Disponível em: [<http://www.cafepilao.com.br/br/Retail/CafesNoMundo/TireSuasDuvidas/>]. Acesso: 04 de março de 2007.
- Instituto Adolfo Lutz (São Paulo). *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*. 4.ed. São Paulo: Ministério da Saúde, ANVISA, 2005, p.488.
- Kum-Tatt, L. (1961). A routine method for determining caffeine in coffee and coffee mixtures. *Analyst*, 86: 825-8.
- López-Martinez, L.; López-de-Alba, P.L., García-Campos, R.; León-Rodríguez, L.M. De. (2003). Simultaneous determination of methylxanthines in coffees and teas by UV-Vis spectrophotometry and partial least squares. *Analytica Chimica Acta*, 493: 83-94.
- Marketing eleva o consumo de café*. Disponível em: [http://www.sindicafesp.com.br/nota_mkt_out06.html]. Acesso: 04 de março de 2007.