

Planejamento fatorial na determinação de etanal por cromatografia gasosa com injeção headspace estático (HS-GC) em aguardente

José Carlos P. Penteadó (PQ)[†], Jorge César Masini (PQ)[†] jocapen@yahoo.com

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513-970, SP, Brasil

Palavras Chave: *acetaldéido*, GC-FID, superfície de resposta.

Introdução

Os aldeídos com baixa massa molar (C₁ a C₆) são compostos reativos de interesse por serem responsáveis pelas propriedades organolépticas e pela toxicidade da aguardente. O etanal em especial representa cerca de 90% dos aldeídos¹. A quantificação de aldeídos por cromatografia gasosa empregando a técnica de injeção por *headspace* apresenta vantagens quando comparada a outras técnicas. Por outro lado, o processo de transferência de fases (*headspace*) depende de variáveis tais como tempo de equilíbrio, pressão e quantidade de amostra. O planejamento fatorial constitui uma ferramenta interessante na avaliação dessas variáveis. Nesse experimento foi empregado o planejamento 2³ (Tabela 1).

Tabela 1. Variáveis do planejamento 2³ para injeção headspace na determinação de etanal.

variáveis	-	+
Pressão (Kpa)	180	200
Tempo de equilíbrio (min)	10	20
Volume de amostra (µL)	100	500

A partir disso foi realizada uma otimização específica de comprovação de que o efeito principal é o tempo de equilíbrio, estudado entre os intervalos de 5 a 40 min. Nesses experimentos foi utilizado um cromatógrafo a gás Delsi 200 com detector FID acoplado ao injetor *headspace* Turbomatrix HS 40 com a coluna AT- Aquawax DA (30m x0,53 x 0,5µm). Parâmetros: Injetor = 150°C, detector = 250°C, forno = isotérmico a 50 °C por 10min seguido de aquecimento até 180°C @ 40 °C.min⁻¹. Solução de referência de etanal a 1500 mg.L⁻¹.

Resultados e Discussão

A partir dos resultados obtidos verifica-se que somente o tempo de equilíbrio, entre as outras variáveis no *headspace*, tem valor significativo dentro do intervalo de confiança de 95% para o etanal. Este efeito também pode ser verificado dentro da superfície de resposta (Figura 1), sendo determinado pelo

planejamento fatorial como sendo de 20 min, que foi confirmado quando avaliamos o intervalo maior de 5 a 40 min.

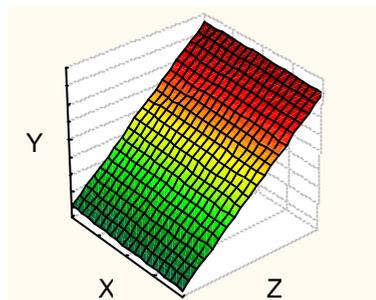


Figura 1. Superfície de resposta obtida para o etanal de acordo com Box-Behnken para otimização da injeção headspace. (X – pressão, Y – área, Z – tempo de equilíbrio)

Os parâmetros da curva analítica foram: coeficiente angular (a = 361), coeficiente linear (b = 591), correlação R = 0,9999, LD = 2 e LQ = 6 mg.L⁻¹ para uma faixa de concentrações entre 16 e 314 mg.L⁻¹, com n = 3. Testes de adição e recuperação deram resultados de taxas de recuperação da ordem de 105%. As concentrações de etanal encontradas nas amostras de aguardentes foram a = 24 (±1), b = 24 (±1), c = 11 (±1), d = 53 (±5), e = 5,0 mg.L⁻¹ (±0,4) em etanol absoluto. Os valores encontrados estão dentro dos limites da normativa 13 de 29 de junho de 2005 do Ministério da Agricultura, que estabelece o valor máximo permitido de 300 mg.L⁻¹ de etanal em etanol absoluto.

Conclusões

O planejamento fatorial mostrou-se bastante útil na otimização dos parâmetros da injeção headspace, que foram também comprovados por otimização univariada. O método analítico proposto é rápido, simples e evita a manipulação ou tratamento da amostra.

Agradecimentos

FAPESP

Sociedade Brasileira de Química – SBQ

¹ Nascimento, R.F.; Marques, J.C.; Lima Neto, B.S.; Dekeukeleire, D.; Franco, D.W., *J. Chrom. A*, **1997**, 782.