Método Analítico por SPE e GC-MS para Determinação de HPA em Cachaças Artesanais e Industriais

Marcell M. S. Silva¹ (IC), Tamires C. S. Silva¹ (IC), Débora Santos Silva Bezerra¹ (PG), Maria da G. Cardoso² (PQ), Sandro Navickiene¹ (PQ), Haroldo S. Dórea^{*1} (PQ).

¹Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes – Departamento de Química – Universidade Federal de Sergipe. Av. Marechal Rondon, s/n, Jardim Rosa Elze, 49100-000, São Cristóvão, Sergipe. e-mail: hdorea@ufs.br

²Departamento de Química, DQi – Universidade Federal de Lavras, CP 3037, CEP 37200-000, Lavras, Minas Gerais.

Palavras Chave: Cachaça, HPA, SPE, CG-MS.

Introdução

A cachaça é a terceira bebida destilada mais consumida do mundo e a primeira do Brasil, segundo a Associação Brasileira de Bebidas – ABRABE¹. Para a produção da cachaça, a colheita da cana-de-açúcar no Brasil é conduzida geralmente após a queima dos canaviais. Este procedimento resulta em contaminação ambiental, através das partículas de palha queimada (fuligem) e dos inúmeros compostos tóxicos, dentre os quais destacam-se os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA), que são introduzidos na atmosfera, podem contaminar a cana-de-açúcar e, conseqüentemente, a bebida. Outras fontes de HPA na cachaça podem acontecer durante os processos de moagem e armazenamento.

O método analítico desenvolvido e validado para a determinação de Fluoreno, Antraceno e Benzo(a)pireno em cachaça foi a extração em fase sólida (*Solid Phase Extraction*, SPE) seguido de análise em um cromatógrafo em fase gasosa acoplado a um espectrômetro de massas (GC-MS).

Resultados e Discussão

Foram analisadas 5 amostras de cachaça, sendo uma obtida através do processo industrial e as demais de forma artesanal. O procedimento para extração dos HPA por SPE foi o seguinte: inicialmente o cartucho C-18 foi condicionado com alíquotas de 5 mL para o diclorometano, metanol e água destilada, adicionados separadamente. Em seguida foram adicionados 50 mL de amostra de cachaça com acetonitrila, para solubilização dos HPA. O cartucho foi submetido ao vácuo, sem fazer a secagem. Fluoreno, Antraceno e Benzo(a)pireno foram eluídos com 50 mL de acetato de etila. O extrato coletado foi concentrado em evaporador rotatório e, posteriormente, com fluxo de nitrogênio, para um volume de 1 mL. As análises dos HPAs na cachaça foram realizadas no cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massas (GC-MS), Shimadzu QP5050A, injetor split-splitless (250°C), coluna ZB-5 – 5% (30 m x 0,25 mm d.i. x 0,25 µm) com programação de temperatura: 80 °C min⁻¹; taxa-1 de 30°C.min⁻¹ até 180°C; taxa-2 de 8°C.min⁻¹ até 280°C por 15 min. O espectrômetro de massas foi operado com monitoramento do íon seletivo

(SIM) com impacto de elétrons de 70 eV. Os íons selecionados para os HPAs foram: m/z 202 para o fluoreno, m/z 178 para o antraceno e m/z 252 para o benzo[a]pireno.

Foram realizados diversos testes para selecionar os solventes adequados para solubilização dos HPA na cachaça e para atuar como eluente em SPE. A seletividade foi obtida através do teste F, com os resultados da razão de variância menores que o tabelado para Fluoreno e Benzo(a)pireno, mas não para o Antraceno. Com isso, a curva analítica foi obtida com a matriz. Os coeficientes de determinação foram superiores a 0,99, mostrando a linearidade do método entre 0,5 e 5,0 mg.L⁻¹. A média das recuperações variaram de 76,4% para o Benzo(a)pireno a 105,4 %, para o Antraceno. Os limites de detecção e quantificação variaram de 0,003 a 4,2 mg.L⁻¹ e 0,009 a 12,72 mg.L⁻¹, respectivamente.

Tabela 1: Concentrações dos HPAs estudados em amostras industrial (01) e artesanal (02 a 05).

HPA	Concentração Média (mg.L ⁻¹)				
	01	02	03	04	05
Flu	0,40	0,14	0,14	0,14	0,14
Ant	0,72	0,28	0,29	0,29	0,62
B[a]P	0,46	0,37	0,93	0,48	0,55

Conclusões

O método analítico por SPE e GC-MS foi validado para a análise de Fluoreno, Antraceno e Benzo(a)pireno em cachaça. A determinação desses HPA em amostras produzidas de forma industrial ou artesanal mostra que é necessária uma maior preocupação quanto ao controle de qualidade dessa bebida, desde o momento de cultivo até o produto final.

Agradecimentos

Ao PIBIC/CNPq e a FAPESSE.

¹ABRABE – Associação Brasileira de Bebidas. Disponível em: <<http://www.abrabe.org.br/cachaca.php>>. Acessado em: 28 jan. 2008.