

Validação de método para determinação de Aldeídos, Álcoois Superiores e Ésteres em cachaça por GC-FID.

Jossyara Thamís F. N. Gomes¹ (IC), Robson José C. F. Afonso¹ (PQ), Maurício X. Coutrim^{1*} (PQ)
mcoutrim@iceb.ufop.br

1) Universidade Federal de Ouro Preto – Campus Morro do Cruzeiro, s/nº – 34400-000 Ouro Preto-MG.

Palavras Chave: Cachaça, Validação, Padrões de Qualidade

Introdução

A cachaça é uma das bebidas mais apreciadas pelo brasileiro. Minas Gerais é o maior produtor de cachaça artesanal (de alambique) do Brasil, mas o produto fabricado artesanalmente não tem grande valor agregado. Com o intuito de mudar essa situação, em 2005, o Ministério da Agricultura e Pecuária e Abastecimento (MAPA) instituiu um Regulamento Técnico fixando padrões de identidade e qualidade para a cachaça.¹ No entanto, os métodos analíticos para atendimento aos parâmetros fixados pelo MAPA precisam ser validados para atender o espírito da regulamentação. Nesse trabalho, um método para determinação dos requisitos de qualidade da cachaça relacionados aos alcoóis superiores, ésteres totais, aldeídos e contaminação por metanol, utilizando cromatografia a gás e detecção por ionização em chama (GC-FID), foi validado com relação à linearidade, precisão, exatidão e limites de detecção e quantificação.

Resultados e Discussão

Para a validação do método estudado, 2,0 µL de cachaça e dos padrões de metanol, n-propanol, isobutanol, álcool isoamílico, acetato de etila e acetaldeído em solução alcoólica e em diversas concentrações, foram injetados em uma coluna capilar de polietileno glicol da J&W (DB-WAX 60m x 0,25mm x 0,25µm) nas seguintes condições cromatográficas: T_{injetor} = 225°C; T_{detector} = 280°C; T_{coluna}: 50°C (6min) até 100°C, com 15°C.min⁻¹, até 250°C (2min) com 20°C/min; gás de arraste = H₂ a 1,2 mL.min⁻¹ com split 1/60.

A linearidade foi avaliada pelos coeficientes de correlação linear (r²) das curvas analíticas utilizadas nas quantificações, os quais variaram de 0,99 a 1,00. Curvas analíticas construídas com soluções até quatro vezes mais concentradas que as anteriores apresentaram r² entre 0,98 e 1,00, demonstrando que o método é linear até concentrações cerca de 18 g.L⁻¹ (acetato de etila) do analito. Os dados das curvas analíticas ainda permitiram uma avaliação da sensibilidade da técnica, cujas inclinações variaram de 7,0.10⁻⁴ uA.L.mg⁻¹ (acetato de etila) a 33,0.10⁻⁴ uA.L.mg⁻¹ (álcool isoamílico). Os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) foram obtidos a partir dos ruídos (R) medidos nos cromatogramas das amostras considerando-se o LD = 3xR e LQ = 10xR e os

resultados de LD variaram de 5,62 µg.L⁻¹ a 289,55 µg.L⁻¹, e LQ de 18,74 µg.L⁻¹ a 965,18 µg.L⁻¹, para o acetaldeído e o metanol, respectivamente. A precisão foi obtida pelo coeficiente de variação (CV) de 7 injeções de uma amostra de cachaça em 3 dias diferentes e os resultados intra-dia ficaram entre 113,76% (metanol) e 9,08% (acetato de etila), enquanto que inter-dia ficaram entre 19,64% (metanol) e 9,08% (acetato de etila). Para avaliação da exatidão do método uma amostra de cachaça foi contaminada com as espécies orgânicas estudadas, conforme Tabela 1, e foram determinadas as recuperações dos analitos. Os resultados variaram de 115,90% (n-propanol) a 211,13% (acetato de etila).

Tabela 1- Concentração adicionada e final de uma amostra de cachaça avaliada.

	Concentração adicionada (mg.L ⁻¹) ¹	Concentração final (mg.L ⁻¹)
Acetaldeído	85,00	206,13
Acetato de Etila	2797,5	6717,03
Metanol	228,0	297,96
n-Propanol	503,4	1085,87
Isobutanol	487,8	1173,17
Álcool Isoamílico	1909,0	4105,95

Para o INMETRO uma faixa para exatidão entre 50% e 130% é aceitável,² no entanto, todos os resultados obtidos foram acima de 100%, sendo alguns acima de 130% (Isobutanol, Metanol, Acetato de Etila e Acetaldeído). Uma explicação é o efeito de matriz positivo devido à competição de espécies presentes na cachaça pelos sítios de adsorção do sistema cromatográfico.³ Esse comportamento também pode explicar os altos valores encontrados para a precisão uma vez que esse estudo foi feito com a amostra e não com soluções padrão.

Conclusões

A cromatografia é uma boa técnica para as determinações estudadas, porém, os possíveis efeitos de matriz precisam ser avaliados.

Agradecimentos

CNPQ e UFOP.

¹ MAPA, Instrução Normativa n. 13, de 29/06/05, 2005.

² INMETRO, *Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio*. DOQ-CGCRE-008, 2003.

³ Pinho, GP et al. *Química Nova*, v. 33, p. 909, 2010.