

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE *HEADSPACE* DINÂMICO- MICROEXTRAÇÃO EM FASE LÍQUIDA COM SEPARAÇÃO/DETECÇÃO POR CROMATOGRAFIA A GÁS-ESPECTROMETRIA DE MASSAS

Camila Will¹, Rúbia Ana Millnitz², Edmar Martendal Dias de Souza³

¹ Acadêmica do Curso de Licenciatura em Química, CCT - bolsista PROIP/UDESC

² Acadêmica do Curso de Licenciatura em Química – CCT

³ Orientador, Departamento de Química CCT – edmar.martendal@udesc.br

Palavras-chave: Extração. *Headspace*. Voláteis.

A caracterização dos componentes voláteis de uma amostra é muito usada por diferentes campos, tais como no ramo de fragrâncias e sabor, assim como no ramo de alimentos e bebidas para autenticação. Análise de componentes voláteis de uma amostra pode ser muito útil e tem sido muito estudada como uma forma de garantir a qualidade dos alimentos [1]. Existem diversas técnicas usadas para preparar amostras afim de analisar seus componentes voláteis. Há sistemas comerciais para preparo de amostra, como o sistema *purge-and-trap* (P&T) e microextração em fase sólida (SPME). Além dessas, outras técnicas vêm sendo muito exploradas, as extrações do *headspace* (HS), que podem ser classificadas em estática e dinâmica.

As técnicas de extração do HS referem-se a um conjunto de técnicas que coletam a fase gasosa acima de uma matriz sólida ou líquida. A HS estática refere-se ao aquecimento da amostra por um determinado período e depois que o equilíbrio é atingido entre a fase gasosa e a fase de amostra, parte do conteúdo do HS é coletado para análise. Já a HS dinâmico trata-se de um fluxo contínuo de gás inerte pela amostra que extrai os componentes voláteis que são posteriormente pré-concentrados usando um adsorvente ou uma câmara criogênica [1]. No caso do HS dinâmico, tem-se como principal representante o sistema P&T (um sistema comercial), que apresenta certos custos e, além disso, fazendo uso de adsorventes ou de câmaras criogênicas o aparelho pode apresentar certo efeito de memória, que acrescenta erros ao procedimento.

O presente trabalho buscou desenvolver um sistema de HS dinâmico, com uso de materiais simples no estilo do sistema P&T, aproveitando o sistema de gás que alimenta o cromatógrafo a gás (GC) como fase móvel e um sistema de solvente refrigerado como agente de pré-concentração, que dessa maneira evita efeitos de memória relatados no sistema comercial de P&T e de SPME. Para avaliação de tal sistema, foi feita a análise qualitativa dos voláteis presentes numa amostra, feita com uma mistura de diversos vegetais e frutas. Dessa forma foram realizados estudos de otimização multivariado dos principais parâmetros que afetariam a extração levando em consideração um sistema de HS dinâmico. Em primeiro lugar foi otimizado tempo, vazão e efeito *salting-out*, então, foi realizado um estudo de volume de solução adicionada a amostra e concentração de sal. Como parâmetro para verificar os melhores resultados foi utilizado a quantidade de substâncias identificadas e a intensidade do sinal dessas, sendo a melhor condição encontrada para as variáveis vazão e tempo 20 mL min⁻¹ durante 30 minutos, que foram as condições máximas estudadas. O estudo do sal mostrou comportamentos bem distintos entre os

principais compostos identificados, apresentando um comportamento de ausência de sal para alguns analitos e presença de sal para outros, mas analisando os dados como um conjunto, chegou-se a uma condição ótima de 60% de sal em 1 mL de solução.

Com essas condições otimizadas foi realizado um estudo de solventes e de sistemas com múltiplas extrações. Foram analisados solventes de diferentes polaridades, a fim de verificar se a polaridade do solvente receptor influencia na pré-concentração dos analitos. Dessa maneira, foi feito um estudo com etanol, hexano, éter, etanol e clorofórmio. Apesar de muitos dos compostos identificados serem polares como o eucaliptol e eugenol, o etanol foi o que mostrou pior rendimento e o hexano surpreendentemente obteve melhores resultados. Com relação a estudos de múltiplas extrações, o sistema foi expandido e foram adicionados 3 tubos de solvente resfriado em série, a fim de recuperar possíveis perdas do sistema. Este estudo, porém, se mostrou muito eficiente com um frasco coletor apenas. Está sendo desenvolvido um estudo variando a faixa de tempo e vazão e mantendo fixo o volume de gás de arraste.

[1] SORIA, A. C.; SARRIÓ, M. J. García; SANZ, M.L. Volatile sampling by headspace techniques. Trends in analytical Chemistry, v. 71, p. 85 – 99, 2015.