

ESTUDO POR SPME-GC DAS INTERACÇÕES DA FIBRA DE POLIACRILATO COM ÁLCOOIS C₅ A C₈ EM MATRIZES ETANOL/ÁGUA- ESTADO DE NÃO SATURAÇÃO E DE SATURAÇÃO

Sílvia M. Rocha, Juliana Vinholes, Brian J. Goodfellow, Ivonne Delgadillo e

Manuel A. Coimbra

Departamento de Química, Universidade de Aveiro, 3810-193 Aveiro

scarrico@dq.ua.pt

A microextração em fase sólida (SPME) é uma técnica utilizada associada à cromatografia em fase gasosa, constituindo uma metodologia rápida de caracterização da composição volátil de uma variada gama de produtos. No entanto, a quantificação por SPME é dependente da composição da matriz (1) e do tipo de polímero de revestimento da fibra.

O objectivo deste trabalho é avaliar o comportamento da fibra de poliácrlato (85 µm) na absorção de álcoois C₅ a C₈, apresentando diferentes estruturas químicas, em matrizes etanol/água 10% (V/V). Para tal foi preparada uma matriz (M_{1x}) contendo os álcoois: 3-metil-1-butanol (409 µg/mL), 1-pentanol (345 µg/mL), 1-hexanol (59 µg/mL), *cis*-3-hexeno-1-ol (238 µg/mL), 1-octanol (11 µg/mL), 3-octanol (6 µg/mL), 1-octeno-3-ol (4 µg/mL), álcool benzílico (273 µg/mL) e álcool feniletílico (172 µg/mL). Estas concentrações que variam 100 ordens de grandeza originam áreas cromatográficas iguais para todos os compostos. Estas diferenças são explicadas pelas características físico-químicas dos compostos (estrutura molecular, ponto de ebulição, solubilidade na matriz), afinidade do composto à fibra e resposta do detector FID. Com base na matriz M_{1x}, foram preparadas mais 5 matrizes: diminuindo 2 e 5 vezes as concentrações de todos os padrões (M_{0,5x} e M_{0,2x}) e aumentando 2, 5 e 10 vezes (M_{2x}, M_{5x} e M_{10x}).

Os resultados obtidos indicam que a partir das concentrações dos compostos na matriz M_{2X} , a fibra encontra-se saturada. Quando as concentrações dos compostos não promovem a saturação da fibra ($M_{0,5X}$, $M_{0,2X}$ e M_{1X}), as áreas cromatográficas de todos os compostos aumentam linearmente com a concentração, como mostra a figura 1. No entanto, quando se atinge a saturação da fibra (M_{2X}), os compostos apresentam comportamentos distintos.

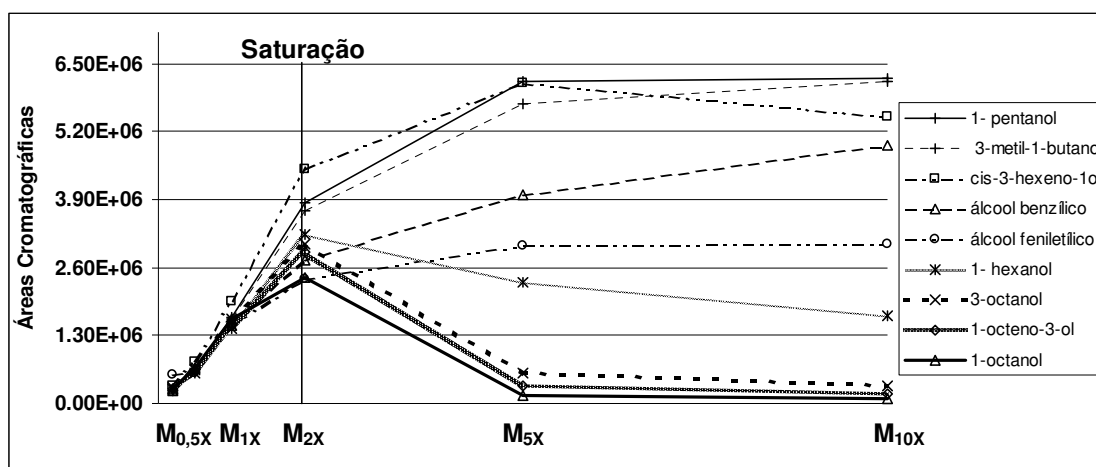


Figura 1- Variação média (n= 5) das áreas cromatográficas dos compostos em função do aumento e diminuição das concentrações, com base na matriz M_{1X} .

O 3-metil-1-butanol, o 1-pentanol e o *cis*-3-hexeno-1-ol, compostos com menores estruturas moleculares (volume 107-119 Å³ - programa CERIUS 4.2) são preferencialmente absorvidos pela fibra em relação ao 1-hexanol, 1-octanol, 3-octanol e 1-octeno-3-ol. Estes últimos compostos apresentam estruturas moleculares mais volumosas (volumes 125-160 Å³) e estão presentes na matriz em concentrações 10 a 100 vezes menores.

Estes resultados indicam claramente que em concentrações que promovam a saturação da fibra de poliacrilato ocorrem mecanismos de competição. Assim, a conhecimento do estado de saturação da fibra deve ser tido em consideração quando se realizam análises quantitativas por SPME-GC.

(1) Rocha, S.; Ramalheira, V.; Barros, A.; Delgadillo, I.; Coimbra, M. A. J. Agric. Food Chem. 49 (2001) 5142-5151.

Agradecimentos- Este trabalho foi financiado pelo Programa AGRO, Projectos Nº 38 "Aptidão das castas da Bairrada para a elaboração de espumantes" e Nº 39 "Incidência da maceração e da maturação nas características analíticas e sensoriais dos vinhos tintos da Bairrada".