

# Otimização de método de extração do produto cervejeiro por ferramentas de Delineamento Experimental (DoE)

Marco Aurelio D. Sasso (PG)<sup>1\*</sup>; Ananda da S. Antonio (PQ)<sup>1</sup>; Gabriela V. Costa (PQ).

dalsasso@iq.ufrj.br\*; gabrielavanini@iq.ufrj.br

<sup>1</sup>Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Química, Núcleo de Análises Forenses (NAF), CEP 21941-598

Palavras Chave: Extração líquido-líquido, perfil químico, CG-EM, fatorial completo com ponto central, voláteis.

## Introdução

A implementação de procedimentos analíticos requer a otimização de um conjunto de condições experimentais que influenciam no seu desempenho final. Podemos citar como exemplo, os parâmetros de extração de amostra (e.g., temperatura, tempo, proporção amostra:solvente, aditivos) ou as condições instrumentais de um método cromatográfico (e.g., coluna cromatográfica, temperatura do injetor, gradiente de temperatura do forno, volume de injeção). Portanto, a aplicação de delineamento experimental (DoE) é atualmente uma etapa fundamental no desenvolvimento de procedimentos analíticos. Desta forma, o presente trabalho tem como objetivo otimizar o método de extração líquido-líquido (ELL) para a análise de compostos orgânicos voláteis e semivoláteis em produto cervejeiro utilizando cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM).<sup>[1]</sup>

## Resultados e Discussão

Para esse estudo foi preparada uma amostra composta contendo alíquotas iguais de quatro cervejas comerciais. A otimização do método de ELL foi realizada por planejamento fatorial completo 2<sup>3</sup> com ponto central (Tabela 1) utilizando como variável resposta a área relativa dos picos cromatográficos e números de compostos identificados dentro de uma função de desajabilidade.

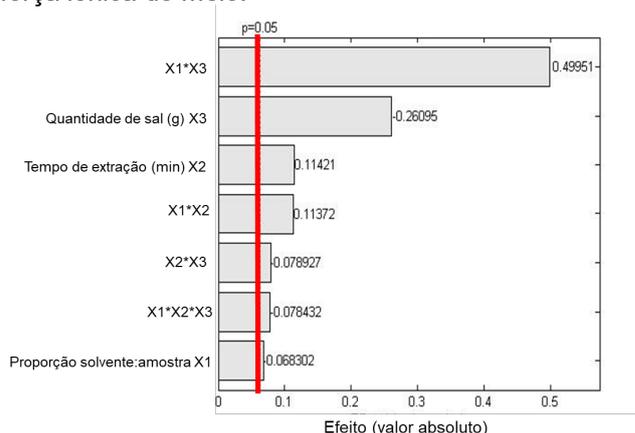
**Tabela 1.** Matriz de planejamento 2<sup>3</sup> com ponto central

Fatores	Níveis		
	-1	0	+1
Proporção solvente:amostra (mL)	1:5	1,5:5	2:5
Tempo de extração (min)	5	10	15
Quantidade de sal (g)	1	1,5	2

De acordo com o gráfico de Pareto (Figura 1) todos os fatores tiveram efeitos significativos na resposta do método. A partir da análise estatística foi observado que as condições ótimas de extração ocorrem com o uso de: proporção solvente:amostra (mL) igual a 1:5, tempo de extração igual a 15 min e quantidade de sal igual a 5 g. O fator principal com maior influência na resposta foi a quantidade de sal do processo de *salting out* sendo o nível -1 com a melhor resposta. Isso se deve ao fato de uma maior quantidade sal causar supersaturação do meio

XVIII Encontro Regional da Sociedade Brasileira de Química -Regional Rio de Janeiro (XVIIIERSBQ-Rio)

favorecendo a formação de cristais amorfos ao invés da dissolução do sal, o qual aumentaria a força iônica do meio.



**Figura 1.** Gráfico de Pareto para otimização das condições para a extração líquido-líquido.

A condição de extração otimizada permitiu a detecção de 2 compostos a mais em comparação as demais condições avaliadas durante o DoE, permitindo obtenção de um perfil químico mais abrangente. Para determinados compostos houve aumento de até 339% na eficácia da extração (e.g; etanoato de isopentila).

## Conclusões

O uso do DoE permitiu a otimização de um método de ELL, a partir de um número reduzido de experimentos, evidenciando os fatores que mais influenciam no mecanismo de extração, sendo o mais relevante a quantidade de sal empregada no *salting out*. Pelo método otimizado foi possível identificar em uma análise 29 compostos voláteis e semivoláteis. O perfil químico holístico obtido pelo método desenvolvido neste trabalho possibilitou a identificação de marcadores químicos com grande relevância para o setor cervejeiro, principalmente no que diz respeito ao controle de qualidade dos processos e matérias-primas.

## Agradecimentos

CNPq, Faperj

<sup>1</sup> Leça, M. J.; Pereira, C. A.; Vieira, C. A.; Reis, S. M.; Marques, C. J. Optimal design of experiments applied to headspace solid phase microextraction for the quantification of vicinal diketones in beer through gas chromatography-mass spectrometric detection. *Analytica Chimica Acta*. 2015, 887, 101-110.