

# Otimização multivariada das condições de extração de voláteis em lúpulo por micro extração em fase sólida de headspace (HS-SPME)

Kaique Checa e Stanislau Bogusz Junior

Instituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo – Av. Trabalhador São-Carlense, 400, São Carlos/SP – Brasil.

stanislau@iqsc.usp.br

## Objetivos

Caracterizar a fração volátil de quatro variedades de lúpulos nacionais através do desenvolvimento e otimização da metodologia de micro extração em fase sólida de headspace (HS-SPME) e cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS).

## Métodos e Procedimentos

Foram testados 5 diferentes materiais de recobrimento de fibras comerciais de SPME: PMDS, PMDS/DVB, CAR/PDMS, DVB/CAR/PDMS e PA quanto sua capacidade de extração dos voláteis de lúpulo. Foram otimizados o tempo e a temperatura de extração por metodologia de superfície de resposta. Após a otimização da extração, realizada com 500 mg de lúpulo, foi realizada a caracterização dos voláteis presentes em quatro amostras de lúpulos nacionais das variedades: Cascade, Chinook, Columbus e Hallertau por meio de GC-MS. As condições cromatográficas foram: injetor (split 1:10) por 1 min, a 220 °C, hélio a 0,6 mL/min, coluna VF-5MS (30 m X 0,25 mm X 0,25 µm); forno: 40 °C, com incremento de 3 °C/min até 130 °C, seguido de incremento de 2 °C/min até 180 °C e de 20 °C/min até 240°C; interface: 240 °C, fonte de ionização EI +70 eV, 35-350 m/z.

## Resultados

As figuras 1 e 2 representam respectivamente os resultados referentes a escolha de fibra e a superfície de resposta obtida pela otimização dos parâmetros tempo e temperatura de extração. Os valores ótimos de temperatura e tempo de extração foram respectivamente de 49 °C e 30 min. No total, foram identificados por GC-MS 56 compostos voláteis nas quatro variedades de lúpulos nacionais, majoritariamente terpenos.

## Conclusões

Foi possível desenvolver e otimizar a metodologia de HS-SPME para extrair os

compostos voláteis presentes nas quatro variedades de lúpulos nacionais. Espera-se que esta metodologia de preparo de amostra possa ser utilizada para avaliação da qualidade de lúpulos nacionais.

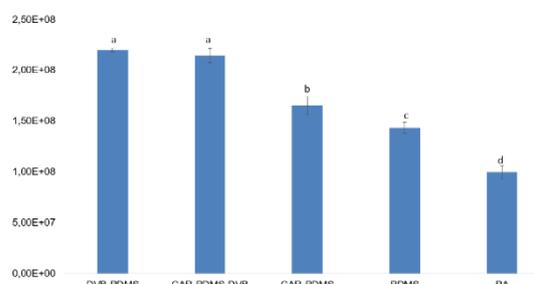


Figura 1. Capacidade de extração das fibras de SPME na extração dos compostos voláteis do Lúpulo.

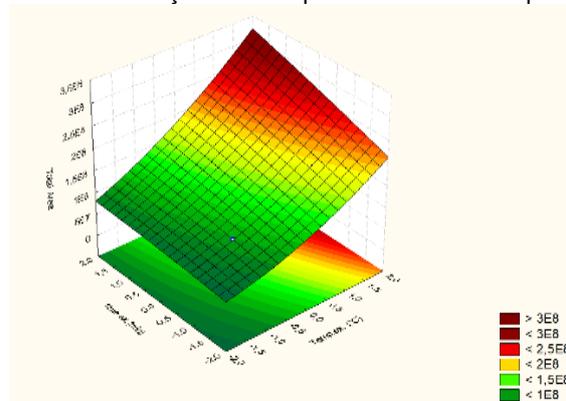


Figura 2. Superfície de resposta obtida para a otimização das condições de temperatura (T, °C) e tempo de extração (t, min) dos voláteis do lúpulo por HS-SPME e GC-MS.

## Referências Bibliográficas

Bogusz, S.; Melo, A. M. T.; Zini, C. A.; Godoy, H. T. Optimization of the extraction conditions of the volatile compounds from chili peppers by headspace solid phase micro-extraction. *Journal of Chromatography A*, 2011, 1218, 3345–3350.