

MONITORAMENTO DA QUALIDADE DO CAFÉ ATRAVÉS DE MÉTODO COMBINADO MICROTRAP – CG – NARIZ ELETRÔNICO BASEADO EM SENSORS DE ONDAS ACÚSTICAS SUPERFICIAIS

M. Carvalho ², A. Voigt ³, M. Rapp ⁴

¹ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brazil

² Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Mikrostrukturtechnik, Karlsruhe, Germany

¹ Trabalho financiado pelo Consórcio Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento do Café – CBP&D/Café e pelo Forschungszentrum Karlsruhe

² Professor, D.Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro-RJ, mauro@iq.ufrj.br

³ Engenheiro, Diplom. Ing., Forschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, Germany, Voigt.Achim@imt.fzk.de

⁴ Pesquisador, Dr., Forschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, Germany, Rapp.Michael@imt.fzk.de

RESUMO: Um método analítico versátil e de fácil utilização para análise de matrizes complexas foi desenvolvido. O equipamento é composto por um sistema de amostragem por microextração (microtrap), um sistema gascromatográfico de separação de fabricação própria e uma unidade de detecção constituído por um arranjo de oito sensores baseados no princípio de propagação de ondas acústicas superficiais (SAW). Os resultados apresentados para a análise de três amostras de diferentes cafés demonstraram êxito na discriminação da qualidade dos mesmos. O desenvolvimento do sistema será continuado objetivando a construção de uma versão totalmente automatizada e de baixo custo que poderá ser amplamente utilizado pelos produtores de café.

Palavras-chave: metodos piezelétricos, sensores químicos, análise de café

MONITORING THE QUALITY OF COFFEE THROUGH A COMBINED METHOD OF MTRAP - GC - ELECTRONIC NOSE BASED ON SURFACE ACOUSTIC WAVES SENSORS

ABSTRACT: An easy-to-use and versatile analytical method for complex matrix analysis like coffee was developed. The system consists of a microtrap sample preparation, a home made simplified gaschromatographic separation unit and an 8-fold surface acoustic wave based sensors (SAW) array detector. For the coffee quality analysis a successful discrimination of three coffee samples could be achieved. The system would be further developed into a fully automated, low cost version that can be broadly used by the coffee producers.

Key words: piezoelectric methods, chemical sensors, coffee analysis

INTRODUÇÃO

O uso de sensores químicos baseados no princípio de ondas acústicas superficiais (SAW), onde os sensores são recobertos com substâncias poliméricas visando atingir sensibilidade de detecção analítica é uma técnica de análise muito promissora na detecção de gases e em aplicação em narizes eletrônicos [1]. No entanto, para a análise de matrizes complexas, como é principalmente o caso de amostras gasosas obtidas do *headspace* de alimentos, tais sistemas de detecção são muitas vezes sobrecarregados e saturados em virtude da complexidade da amostra, o que resulta na impossibilidade da análise, especialmente quando um perfil discriminatório simples têm que ser extraído, a fim de caracterizar e avaliar a qualidade da matriz [2]. Para resolver este problema, apresentamos um método combinado para alcançar uma resolução analítica notavelmente superior, onde dois níveis de preparação seletiva da amostra são combinados com um sistema sensor altamente sensível e seletivo baseado em ondas acústicas superficiais.

MATERIAL E MÉTODOS

O método consiste em primeira fase, no enriquecimento da amostra do *headspace* através da utilização de uma unidade externa de microextração (μ trap), seguida de um segundo passo onde a amostra sofre separação em unidade de cromatografia a gás de fabricação própria. O terceiro passo é a detecção com sensores do tipo SAW miniaturizados com um volume de amostragem extremamente pequeno da ordem de 50 μ l e uma superfície interna reduzida que minimiza o tempo de resposta e os efeitos indesejados de memória [3]. Com esta configuração respostas muito rápidas da ordem de 1 a 2 segundos, podem ser alcançadas, a fim de resolver picos acentuados decorrentes do tempo curto de injeção da amostra na unidade de cromatografia a gás. Para este trabalho foi utilizado um amostrador automático disponível

comercialmente (Firma CTC / Gerstel) com a sua opção "ITEX" comercialmente disponível. Os controladores de temperatura bem como sistema de controle do dispositivo sensor foram desenvolvidos por nós. O procedimento analítico consiste da extração da amostra do headspace de frascos termicamente controlado e adsorvidos em uma unidade de microextração (μ trap) diretamente integrada ao sistema de injeção. O μ trap foi preenchido com o adsorvente polimérico Tenax TA. Após extração da amostra a seringa com o μ trap é posicionada sobre a porta de injeção da unidade de cromatografia a gás e aquecida para desorção da amostra. O material é então injetado na unidade de CG do sistema, onde ocorre a separação de acordo com o perfil pré-programado de temperatura. A detecção é realizada pelo conjunto de sensores SAW.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O sistema analítico completo é mostrado na Figura 1.



Figura 1 – Sistema analítico composto pelo microtrap, unidade de CG e detector com sensores do tipo SAW

Os componentes separados alcançam o detector com sensores SAW de acordo com seus tempos de retenção, quando ocorre a interação com cada um dos oito sensores. Devido à característica linear dos sensores SAW, os sinais são proporcionais à quantidade das substâncias no *headspace*. Um exemplo do resultado da detecção são os oito cromatogramas obtidos para cada amostra, mostrado na Figura 2.

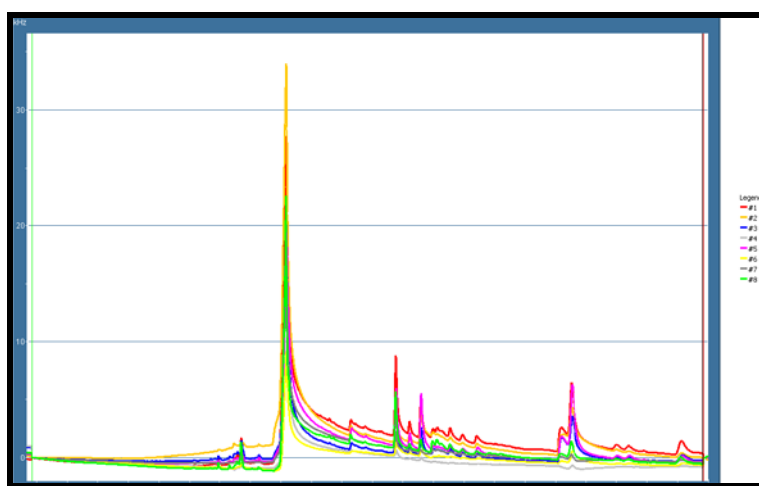


Figura 2 - Exemplo do resultado obtido com o arranjo de oito sensores SAW para uma amostra de café.

O pico mais intenso no cromatograma da Figura 2 é o pico da água. A Figura 3 mostra uma expansão da escala da primeira parte do cromatograma da figura 2, delimitada pelo pico da água, e a Figura 3b mostra respectivamente uma expansão da escala da segunda parte do cromatograma da figura 2.

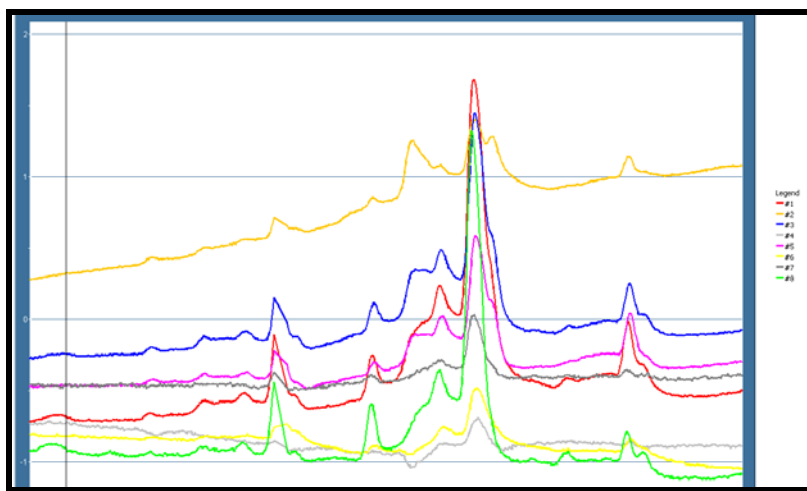


Figura 3a - Expansão da escala da primeira parte do cromatograma da figura 2

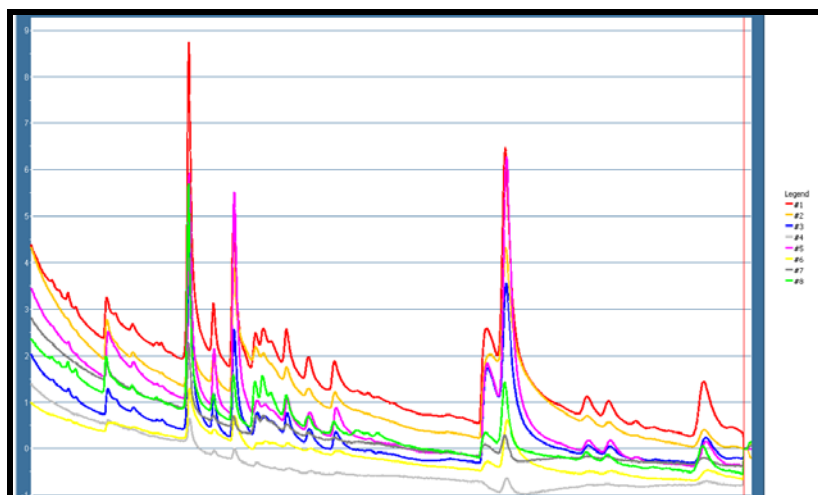


Figura 3b - Expansão da escala da segunda parte do cromatograma da figura 2

Pelos gráficos pode ser observado claramente os diferentes perfis obtidos para cada um dos sensores. Para a demonstração da capacidade de discriminação este método, foram avaliados apenas os primeiros cinco picos da Figura 3a. O tratamento destes dados foi feito utilizando-se os mesmos cinco picos de cada um dos oito cromatogramas correspondentes aos oito sinais dos sensores do detector. Os picos foram normalizados considerando-se a altura máxima de cada pico como parâmetro de discriminação. Este procedimento minimiza a variação devido à preparação da amostra e fornece valores relativos e normalizados para a altura máxima para cada pico em cada sensor para as diferentes amostras café. A figura 4 apresenta os resultados da análise dos sinais dos cinco picos – dispostos nas linhas da figura 4 - para três diferentes amostras de café - dispostos nas colunas da figura 4.

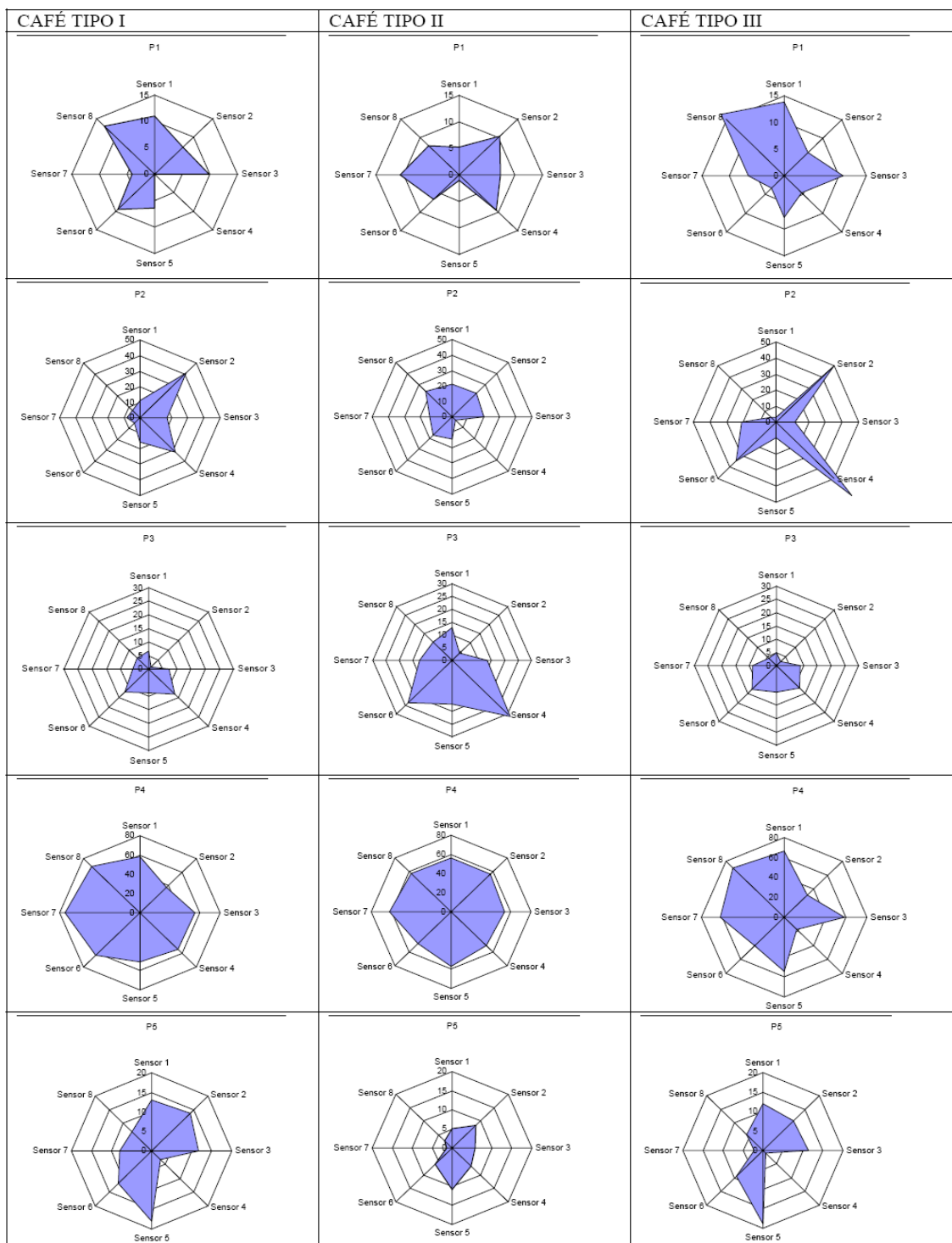


Figura 4 - Altura relativa normalizada de cinco picos (P1 a P5- mostrados nas colunas) da primeira parte do cromatograma da figura 3a, obtidas para três amostras de café (mostrados nas colunas do gráfico).

Como pode ser visto, os perfis obtidos com o sistema sensor permite uma fácil diferenciação dos três tipos de café. Todas as funcionalidades implementadas no sistema podem ser controladas a partir de um único microcomputador com os programas elaborados especificamente para esta aplicação, o que proporciona o máximo de flexibilidade para a análise de qualquer tipo de amostras gasosas complexas. A maior vantagem do método é a exclusão da análise de componentes indesejados típicos, mesmo que estes interferiram em concentrações elevadas, especialmente como o caso da água. Isto pode ser feito tanto pela escolha do absorvedor no microtrap ou através da escolha adequada dos parâmetros cromatográficos.

CONCLUSÕES

Com o método combinado empregado foi possível a discriminação da qualidade das amostras de café, através da análise simples dos perfis obtidos. O sistema apresenta uma grande versatilidade analítica, uma vez que permite a livre escolha do tipo de material absorvente, dos parâmetros cromatográficos, dos respectivos materiais de revestimento para cada um dos oito sensores do sistema detector, assim como do tratamento dos dados. Agregado ao seu elevado poder analítico, a configuração é simples, de fácil utilização e implementação e pode ser totalmente automatizada. Com este sistema é possível a análise de um amplo espectro de substâncias voláteis presentes em matrizes complexas, especialmente em uma matrizes de alimentos. Com a versão de baixo custo do sistema proposto a ser construída a seguir, será possível a fácil detecção de marcadores específicos no aroma do café, através da determinação adequada dos parâmetros do sistema. Esta versão tem o objetivo específico de possibilitar a larga difusão da tecnologia para o setor produtivo do café.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. N. Barié, M. Rapp: Discrimination of Alkanes Using Trap and GC enhanced SAW based Electronic Noses, proceedings of IEEE Sensors 2004, p. 1183-1186.
2. N. Barié, A. Voigt, M. Rapp: "Surface Acoustic Wave based Electronic Noses Coupled with SPME enhanced Headspace-Analysis for Food Quality Monitoring", 10. Int. Symp. on Olfaction and Electronic Noses - ISOEN 03, in Riga, 26. – 28. Juni 2003 Lettland
3. F. Bender, K Länge, A. Voigt, M. Rapp: "Improvement of Surface Acoustic Wave Gas and Biosensor Response Characteristics Using a Capacitive Coupling Technique", *Anal. Chem.*, vol. 76, No. 13 (2004), pp. 3837-3840.