

Determinações analíticas efetuadas por meio da cromatografia de fase gasosa

Luiz Antenor Rizzon

Introdução

A cromatografia de fase gasosa é um método de separação e análise dos componentes de uma mistura, onde cada constituinte pode ser identificado pelo tempo de retenção. A superfície do pico correspondente a cada uma dessas substâncias é proporcional à sua concentração. As substâncias a separar são inicialmente volatilizadas em um espaço aquecido que é o injetor. A seguir, são arrastadas por um gás vetor, denominado de fase móvel, através de uma coluna preenchida por um suporte sólido de textura fina, envolto por um líquido, que é a fase estacionária. Para obter tempos de retenção reprodutivos, é necessário que a temperatura do forno – espaço onde está instalada a coluna – esteja adequadamente regulada.

Na saída da coluna, as substâncias separadas chegam ao detector – geralmente do tipo de ionização de chama –, que está ligado a um eletrômetro, o qual transmite um sinal elétrico para o registrador ou para um computador que gera um gráfico (cromatograma), com os diferentes picos correspondentes às substâncias detectadas.

De modo geral, um cromatógrafo é formado pelas seguintes partes:

- Injetor, câmara aquecida onde é introduzida a amostra a se analisar através de uma microseringa.

- Coluna, instalada no forno com temperatura regulada e que realiza a separação dos componentes da mistura.
- Forno, compartimento do cromatógrafo onde é instalada a coluna.
- Detector, que está ligado a um eletrômetro e que transmite um sinal elétrico ao detector ou a um computador.

A cromatografia gasosa é utilizada para a determinação dos compostos voláteis ou que podem ser volatilizáveis dos mostos ou sucos de uva, responsáveis pelas características aromáticas dos mesmos (AMERINE; OUGH, 1974; OFFICE INTERNATIONAL DE LA VIGNE ET DU VIN, 1990).

Etanol

Definição

O mosto e o suco de uva não contêm álcool, pois são bebidas não fermentadas, não alcoólicas. No entanto, no caso do suco de uva, a legislação brasileira estabelece o teor máximo de álcool de 0,5% v/v, o que equivale aproximadamente a 4,0 g L⁻¹ de etanol.

O teor de etanol do suco de uva permite também avaliar a qualidade da uva utilizada no processamento. Um teor elevado de etanol é indício de que a uva sofreu um início de processo fermentativo.

Princípio do método

Cromatografia gasosa.

Material

- Cromatógrafo a gás com detector de ionização de chama.
- Microseringa de 10 µL.
- Estrutura para destilação do mosto ou do suco de uva.
- Agitador magnético.

- Barra imantada.
- Balão volumétrico de 200 mL.
- Erlenmeyer de 125 mL com tampa de rosca.
- Pipeta volumétrica de 2,0 mL e de 20,0 mL.

Reagentes

Etanol com grau de pureza analítica. Solução alcoólica padrão de etanol a 4 g L^{-1} , preparada com etanol de qualidade para cromatografia gasosa e diluído em água deionizada ultrapura.

Metanol com grau de pureza analítica. Solução a 10% v/v, para padrão interno.

Modo operatório

Uma amostra de 200 mL de mosto ou de suco de uva é destilada em aparelho destilador, tendo o cuidado de reduzir ao máximo as perdas de álcool.

A partir do destilado homogeneizado, transfere-se uma quantidade de 20 mL para um erlenmeyer de 125 mL, adiciona-se 2 mL da solução de 10% v/v de metanol (padrão interno), introduz-se uma barra imantada e, com a tampa fechada, coloca-se em um agitador magnético por cinco minutos.

A seguir, retira-se $3 \mu\text{L}$ com uma microsseringa e injeta-se no cromatógrafo. A separação obtida é indicada no cromatograma da Figura 1.

Condições operatórias

- Coluna: Carbowax 600.
- Comprimento: 3,2 m.
- Diâmetro: 6 mm.
- Temperatura do forno: $96 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Temperatura do vaporizador: $140 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Temperatura do detector: $160 \text{ }^\circ\text{C}$.

- Gás vetor: nitrogênio.
- Vazão do gás vetor: 30 mL min⁻¹.

Cálculo do resultado

A concentração do etanol no mosto ou no suco de uva é determinada pela comparação entre a altura do pico do etanol da amostra e o de uma solução de concentração conhecida, por meio da seguinte fórmula:

$$C \text{ de etanol em g L}^{-1} = c \cdot \frac{h \cdot I}{H \cdot i}$$

onde:

C = Concentração de etanol em g L⁻¹ na amostra a se analisar

c = Concentração de etanol na solução padrão

h = Altura do pico do etanol na amostra de mosto ou de suco de uva a se analisar

H = Altura do pico do etanol na solução padrão

I = Altura do pico do padrão interno (metanol) na solução padrão

i = Altura do pico do padrão interno (metanol) na amostra de mosto ou suco de uva.

Metanol

Definição

O metanol é um álcool encontrado naturalmente em pequena quantidade no mosto e no suco de uva. A legislação brasileira não estabelece limite para o metanol, mas, tendo em vista a sua toxicidade, é importante monitorar o seu teor. O teor de metanol do suco de uva está relacionado com o processo de elaboração, com a cultivar, e especialmente com a temperatura utilizada no processo de aquecimento para extração da cor.

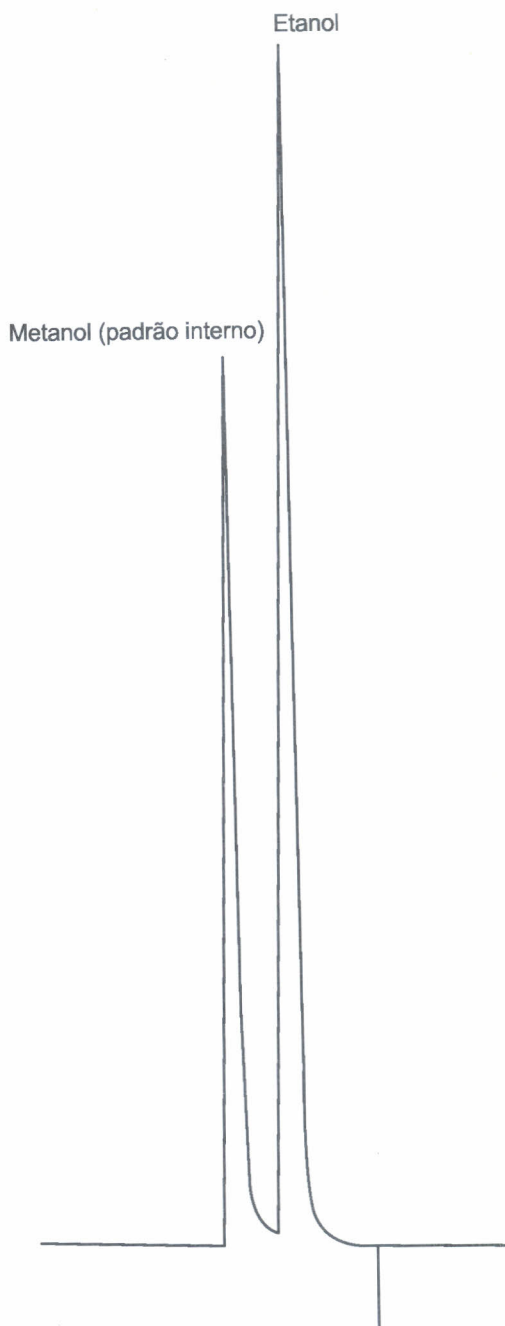


Figura 1. Cromatograma de uma análise de etanol em suco de uva.

Princípio do método

Cromatografia gasosa.

Material

- Cromatógrafo a gás com detector de ionização de chama.
- Microseringa de 10 μL .
- Estrutura para destilação do mosto ou do suco de uva.
- Agitador magnético.
- Barra imantada.
- Balão volumétrico de 200 mL.
- Erlenmeyer de 125 mL com tampa de rosca.
- Pipeta volumétrica de 2 mL e de 20 mL.

Reagentes

- Metanol com grau de pureza analítica. Solução com 100 mg L^{-1} diluído em água destilada para padrão, preparada com metanol de qualidade para cromatografia gasosa.
- 4-metil-2-pentanol com grau de pureza analítica para cromatografia gasosa, para padrão interno.
- Solução a 1,0 g L^{-1} , diluído em etanol a 20% v/v com grau de pureza analítica para cromatografia gasosa.

Modo operatório

Uma amostra de 200 mL de mosto ou de suco de uva é destilada em aparelho destilador, tendo o cuidado de reduzir ao máximo as perdas dos compostos voláteis, especialmente o metanol.

A partir do destilado homogeneizado, transfere-se uma quantidade de 20 mL para um erlenmeyer de 125 mL, adiciona-se 2 mL de solução

a 1,0 g L⁻¹ de 4-metil-2-pentanol com uma barra imantada e a tampa fechada e coloca-se em um agitador magnético por cinco minutos.

Retira-se uma quantidade de 3 µL com uma microseringa e injeta-se no cromatógrafo. A separação obtida e indicada no cromatograma da Figura 2.

Condições operatórias

- Coluna: Carbowax 600.
- Comprimento: 3,2 m.
- Diâmetro: 6,0 mm.
- Temperatura do forno: 96 °C.
- Temperatura do vaporizador: 140 °C.
- Temperatura do detector: 160 °C.
- Gás vetor: nitrogênio.
- Vazão do gás vetor: 30 mL min⁻¹.

Cálculo do resultado

A concentração de metanol no mosto ou no suco de uva é determinada pela comparação entre a altura do pico do metanol na amostra e numa solução de metanol de concentração conhecida, por meio da seguinte fórmula:

$$C \text{ de metanol em mg L}^{-1} = c \cdot \frac{h \cdot I}{H \cdot i}$$

onde

C = Concentração do metanol em mg L⁻¹ na amostra a se analisar

c = Concentração do metanol na solução padrão

h = Altura do pico do metanol na amostra de mosto ou de suco de uva

H = Altura do pico do metanol na solução padrão

I = Altura do pico do padrão interno (4-metil-2-pentanol) na solução padrão

i = Altura do pico do padrão interno (4-metil-2-pentanol) na amostra de mosto ou suco de uva.

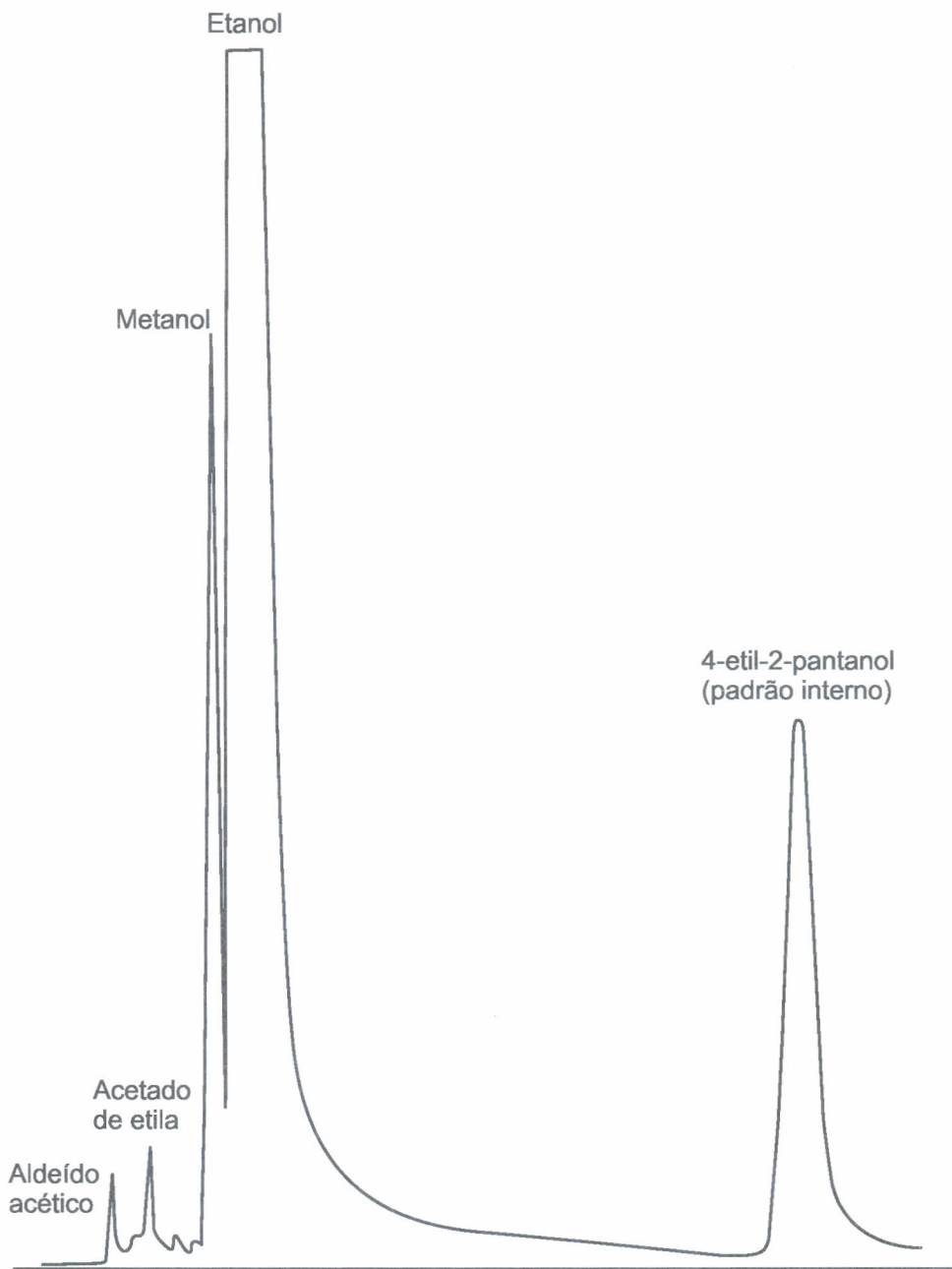


Figura 2. Cromatograma de uma análise de metanol em suco de uva.