

ROTEIRO DA PRÁTICA DE CROMATOGRAFIA GASOSA

“OTIMIZAÇÃO DA SEPARAÇÃO DE ACETATO DE ETILA, ÁCIDO ACÉTICO, METANOL E ÁLCOOIS SUPERIORES EM AGUARDENTE POR CROMATOGRAFIA A GÁS”

Baseado em CORDEIRO, P.J.M. Práticas de cromatografia a gás. São Paulo: Scortecci, 2011. 99 p.

OBJETIVO:

Adquirir destreza na execução de rotinas analíticas que envolvem a utilização de métodos de cromatografia gasosa.

INTRODUÇÃO

As aguardentes são bebidas obtidas por destilação de mostos açucarados fermentados que apresentam elevado teor alcoólico (35 a 50° GL). Além do etanol, a aguardente pode conter pequenas concentrações de outros compostos orgânicos como ácidos, aldeídos, cetonas, compostos fenólicos, ou outros álcoois de cadeia carbonada com três ou até cinco átomos de carbono, também produzidos durante a fermentação.

Entre os diversos compostos que podem ser encontrados na aguardente, a presença de metanol é particularmente indesejável, uma vez que sua ingestão e posterior metabolização como formaldeído pode levar a cegueira ou outros problemas neurológicos.

O sabor e o aroma da aguardente dependem, em grande medida, da concentração de todos estes componentes; por exemplo, uma alta concentração de ésteres conferirá à bebida um aroma frutal, enquanto que uma alta concentração de álcoois produzirá um aroma de produto fermentado. Assim, o monitoramento de vários destes compostos é uma prática importante no controle de qualidade de bebidas alcoólicas.

A legislação Brasileira fiscaliza a concentração permitida de todos os compostos anteriormente mencionados na aguardente, sendo a cromatografia a técnica mais utilizada no controle de qualidade deste tipo de bebidas.

PARTE EXPERIMENTAL

Solução multi padrão

Esta solução deve conter os seguintes padrões: acetato de etila, metanol, 2-butanol, propanol, isobutanol, álcool isoamílico, 1-butanol e 2-butanol, e deve ser preparada pesando 100 µL de cada padrão num balão de 25 mL, contendo aproximadamente 10 mL de solução 40% etanol/água. A balança deve ser zerada antes de pesar o próximo padrão. Quando terminar a pesagem de todos os padrões mencionados, completar o volume com a solução de etanol/água 40%.

OBS: Essa solução estará preparada no dia da prática.

Análise cromatográfica

Será usada uma coluna Innowax de 50 m de comprimento, 0,2 mm de diâmetro interno e 0,2 mm de espessura de filme, nas seguintes condições cromatográficas iniciais:

Temperatura do injetor: 200°C

Temperatura do detector: 200°C

Programação da temperatura da coluna: 35°C por 2 min, 10°C min⁻¹ até 200°C mantendo-se por x min.

Gás de arrastre: Nitrogênio, pressão 140 kPa.

Injetar 1 µL de da solução multi padrão em cada condição cromatográfica avaliada.

Avaliar a influência da programação de temperatura e da velocidade linear média do gás de arraste sobre a otimização da separação cromatográfica em um menor tempo de análise, sem comprometer a qualidade da resolução entre os picos.

ANÁLISE DOS RESULTADOS

Para cada cromatograma obtido, elabore uma tabela listando os tempos de retenção, as áreas de pico observadas para cada um dos compostos a serem analisados, bem como a eficiência e resolução cromatográfica (entre os pares de picos mais próximos entre si).