

Bebidas fermento-destiladas - Metanol

Este método é aplicável em bebidas alcoólicas e se baseia numa reação de oxidação do metanol pelo permanganato de potássio, formando formaldeído, que reage com o sal do ácido cromotrópico, conferindo cor.

Material

Banho-maria, espectrofotômetro UV/VIS, termômetro, cubeta de 10 mm, pipetas volumétricas de 1, 2, e 5 mL, pipeta graduada de 10 mL e balões volumétricos de 50 e 100 mL.

Reagentes

Ácido sulfúrico

Álcool grau espectrofotométrico

Metanol grau espectrofotométrico

Isopropanol grau espectrofotométrico

Sulfito de sódio ou bissulfito de sódio

Solução de permanganato de potássio a 3% em solução de ácido fosfórico a 15% - Pipete 15 mL de ácido fosfórico (85%, $d = 1,69$) e dilua com água, acrescente 3 g de KMnO_4 e complete o volume a 100 mL num balão volumétrico.

Solução do sal dissódico dihidratado do ácido cromotrópico ($\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) a 5% -

Dissolva 5 g do sal em 100 mL de água. Se a solução não estiver clara, filtre. A solução deve ser preparada semanalmente. O sal ou o ácido podem ser usados.

Purificação do ácido cromotrópico - Se a leitura da absorbância do branco for maior que 0,05, purifique o reagente dissolvendo 10 g de ácido cromotrópico ou seu sal sódico em 25 mL de água. Adicione 2 mL de ácido sulfúrico à solução aquosa de sal para a conversão para ácido livre. Adicione 50 mL de metanol. Aqueça até a ebulição, e filtre. Adicione 100 mL de isopropanol para precipitar o ácido cromotrópico livre (adicione mais isopropanol para aumentar o rendimento do ácido purificado).

Preparação da amostra - Utilize o destilado da amostra, o qual foi obtido para a determinação da graduação alcoólica e dilua para uma concentração de álcool etílico de 5 a 6% em volume. Prepare um branco de álcool etílico a 5,5%. Uma solução padrão contendo 0,025% de metanol em solução de álcool etílico a 5,5% deve ser preparada (v/v). Se a concentração de metanol (em volume) na amostra for maior ou igual a 0,05%, dilua aproximadamente à concentração de 0,025% de metanol com álcool etílico a 5,5% (v/v). Para amostras que contenham concentração de metanol menor ou igual a 0,05% utilize uma quantidade maior de amostra e destile novamente, recolhendo o destilado em um balão de menor volume do que o inicial, de modo a realizar uma concentração da mesma.

Procedimento - Pipete 2 mL da solução de permanganato de potássio para um balão volumétrico de 50 mL. Resfrie em banho de gelo. Adicione 1 mL da solução da amostra diluída e deixe por 30 minutos em banho de gelo. Descore com um pouco de bissulfito de sódio e adicione 1 mL da solução de ácido cromotrópico. Adicione lentamente 15 mL de ácido sulfúrico com agitação e coloque em banho de água quente (60-75°C) por 15 minutos.

Resfrie e complete o volume com água à temperatura ambiente. Faça a leitura da absorbância a 575 nm contra um branco de álcool a 5,5% tratado da mesma forma que a

amostra. Trate a solução-padrão de 0,025% de metanol (em álcool a 5,5%) da mesma maneira que a amostra e faça a leitura da absorvância A_p . A diferença entre as temperaturas do padrão e da amostra não deve ser maior que 1°C, pois a temperatura afeta a leitura da absorvância. Se a cor da amostra for muito intensa, dilua com o branco preparado como acima, até no máximo três vezes.

Cálculo

$$\frac{A \times 2,5 \times f}{A_p \times G} = \text{netanol, mL por 100 ml de álcool anidro}$$

A = absorvância da amostra

f = fator de diluição da amostra

A_p = absorvância da solução padrão G = graduação alcoólica

Referência bibliográfica:

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists (method 958.04) Gaithersburg: A.O.A.C., 2005, Revision 1, 2006, chapter 26. p. 15.