

# Determinação de metanal e etanal em aguardente empregando injeção headspace (HS-GC) com derivatização por PFBHA

José Carlos P. Penteado (PQ)<sup>1</sup>, Jorge César Masini (PQ)<sup>1</sup> [jocapen@yahoo.com](mailto:jocapen@yahoo.com)

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513-970, SP, Brasil

Palavras Chave: formaldeído, acetaldeído, derivatização.

## Introdução

Vários aldeídos, tais como metanal e etanal, apresentam elevada toxicidade. A regulamentação para a concentração de etanal em bebidas alcoólicas é de 300 mg.L<sup>-1</sup> em etanol absoluto. Devido a sua elevada volatilidade e reatividade, estes aldeídos necessitam de derivatização. O reagente cloridrato de *o*-(2,3,4,5,6 pentafluorobenzil) hidroxilamina (PFBHA)<sup>1</sup> é uma alternativa interessante para esta finalidade quando se usa a análise por cromatografia gasosa (Figura 1).

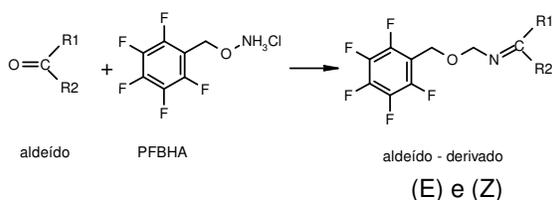


Figura 1. Reação de derivatização de aldeído com PFBHA.

Nesses experimentos foi utilizado cromatógrafo a gás Delsi 200 com detector FID acoplado ao injetor headspace Turbomatrix HS 40 com a coluna AT-Aquawax DA (30m x0,53 x 0,5µm). Parâmetros: Injetor = 200°C, detector = 250°C, forno = 60 – 150°C @ 5°C.min<sup>-1</sup>, 150 - 250°C @ 30°C.min<sup>-1</sup>. Soluções de referência de etanal e metanal 1500 mg.L<sup>-1</sup>.

## Resultados e Discussão

Na Figura 2 observa-se a separação dos aldeídos-PFBHA e seus isômeros. Devido à baixa interação com a fase estacionária, a determinação de metanal não seria possível sem a derivatização, uma vez que este composto seria eluído no volume morto. Embora tenhamos a formação de isômeros (E) e (Z), na etapa de quantificação a área total de pico é facilmente integrada. A derivatização facilita a separação dos aldeídos, permitindo a determinação de metanal e etanal na presença de outros aldeídos (presentes em mais baixas concentrações). Os valores obtidos a partir da curva analítica estão na Tabela 1.

Na Tabela 2 verifica-se que as concentrações de etanal (8,5 a 56,9 mg.L<sup>-1</sup>) estão dentro dos limites da legislação (300mg.L<sup>-1</sup>). No caso do metanal foram encontradas concentrações de 0,11 a 0,47 mg.L<sup>-1</sup>.

Tabela 1. Parâmetros obtidos a partir da curva analítica.

	a	b	R <sup>2</sup>	LD	LQ*
metanal	28764	533	0,9993	0,05	0,20
etanal	20812	13839	0,9991	2,8	9,3

a = coeficiente angular; b = coeficiente linear; \* limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) em mg.L<sup>-1</sup>.

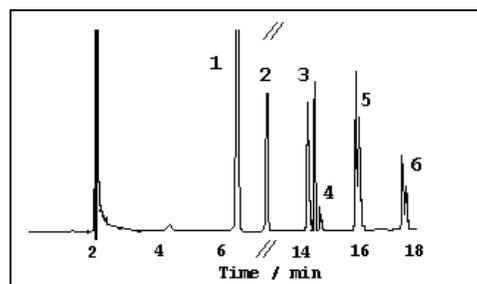


Figura 2. 1- etanol, 2- metanal, 3- etanal, 4- PFBHA, 5- propanal, 6- butanal

Tabela 2. Concentrações (mg.L<sup>-1</sup> em etanol absoluto) de aldeídos nas amostras de aguardentes.

Aldeído	Amostras				
	A	B	C	D	E
metanal	0,27	0,18	0,47	0,20	0,11
etanal	13,7	56,9	27,3	8,5	14,1

## Conclusões

A derivatização com PFBHA aumenta a seletividade para o metanal e etanal, resultando em um método com potencial aplicação na determinação de outros aldeídos. Devido ao fato do derivado ser altamente halogenado, a sensibilidade do método pode ainda ser significativamente aumentada adotando-se um detector de captura de elétrons.

## Agradecimentos

FAPESP

<sup>1</sup> Nascimento, R.F.; Marques, J.C.; Lima Neto, B.S.; Dekeukeleire, D.; Franco, D.W., J. Chrom. A, 1997, 782.