

## DETERMINAÇÃO DE CARBAMATO DE ETILA EM AMOSTRAS DE CACHAÇA, EMPREGANDO CG-FID COM INJEÇÃO ON COLUMN.

Manoel Lima de Menezes<sup>1</sup>(PQ)\*, Francine Fricher Boesso<sup>1</sup>(IC), Elisangela Marques J. Torres<sup>2</sup> (PQ), Valdecir Farias Ximenes<sup>1</sup>(PQ).

<sup>1</sup>Universidade Estadual Paulista – UNESP, Faculdade de Ciências - Depto de Química – Bauru – SP, <sup>2</sup>APTA – Agência Paulista de Tecnologia dos Agronegócios do Pólo Centro-Oeste - Unidade de Jaú-SP.\*Menezes@fc.unesp.br

Palavras Chave: Carbamato de etila, cachaça, CG-FID,

### Introdução

Cachaça é a denominação típica e exclusiva da aguardente de cana produzida no Brasil, com graduação alcoólica entre 38 a 48% em volume a 20°C, obtida pela destilação do mosto fermentado de cana-de-açúcar e com características sensoriais peculiares<sup>1</sup>. A instrução normativa nº 13, de 29/06/2005, define os seguintes limites para os contaminantes orgânicos: 20 mg de álcool metílico por 100 mL de álcool anidro, 150 µg de carbamato de etila por litro (exigência em vigor a partir de junho de 2010) e 5 mg de acroleína por 100 mL de álcool anidro. Para o cobre (contaminante inorgânico) os limites são de 5 mg por litro<sup>2</sup>. Desta forma o principal objetivo deste trabalho foi otimizar uma nova metodologia analítica, que possibilitasse efetuar a determinação do carbamato de etila em diferentes amostra de cachaça empregando a técnica CG-FID e injeção *on column*. É importante enfatizar que a grande maioria das determinações analíticas do carbamato de etila em amostras de cachaça tem sido efetuada empregando o sistema de cromatografia gasosa acoplado ao espectrômetro de massa<sup>3</sup>. O método desenvolvido consistiu em efetuar a extração do carbamato de etila presente em amostras de cachaça com a adição de 0,5 mL de acetato de sódio 1,0 mol L<sup>-1</sup> a 2,0 mL da amostra seguidos pela adição de 4,0 mL de acetato de etila. Após agitação e centrifugação, injetou-se 1,0 µL da fase orgânica no sistema CG-FID, equipado com uma coluna cromatográfica capilar Elite Wax, empregando a técnica de injeção *on column*. As recuperações foram efetuadas com amostras de cachaça fortificadas, contendo concentrações de carbamato de etila em um *range* de 4,27 a 33,65 µg mL<sup>-1</sup> e, a metodologia foi validada com amostras de cachaça produzidas pela Apta (Agência Paulista de Tecnologia dos agronegócios do Pólo Centro-Oeste).

### Resultados e Discussão

A técnica de injeção *on column* mostrou-se mais eficiente, comparando-se a técnica de injeção *slit/spliteless*, uma vez que se observou maior reprodutibilidade nas áreas obtidas com a injeção das soluções-padrão. Isto se deve ao fato de que o carbamato de etila sublima a 103°C, causando variações na concentração final do referido analito. Outro fator a ser considerado é que a temperatura do injetor. Na injeção *on column* a temperatura do

injetor, está programada com a temperatura do forno, ou seja, 100°C, enquanto que na técnica *split/spliteless* o injetor está a 250°C. Na avaliação de recuperação do carbamato de etila, o emprego da solução de acetato de sódio 1,0 mol L<sup>-1</sup> e 4,0 mL do solvente acetato de etila seguido por agitação e centrifugação, mostraram eficientes, uma vez que o efeito *salting* favoreceu a extração do mesmo com o referido solvente. As recuperações obtidas para o carbamato de etila foram executadas em 5 níveis, sendo uma amostra controle (branco) e quatro níveis de concentração de fortificação. As recuperações obtidas apresentaram-se entre 55,75 e 73,54%(m/v), com CV entre 4,5 a 8,6%. Os intervalos aceitáveis de recuperação para análise de resíduos geralmente estão entre 80 e 120%, com precisão de até ± 20%, porém, dependendo da complexidade analítica e da amostra, este valor pode ser de 50 a 120%, com precisão de até ± 15%<sup>4</sup>, portanto a taxa de recuperação foi considerada boa e o C.V. foi considerado dentro do esperado. O novo método proposto apresentou um limite de detecção de 15 µg L<sup>-1</sup>. Nas determinações de carbamato de etila, em diferentes amostras de cachaça foram encontrados valores entre ND a 148,76 µg L<sup>-1</sup>.

### Conclusões

O método proposto é simples, rápido e reprodutível, apresentando-se como uma nova opção para a determinação de carbamato de etila em amostras de cachaça.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP e a Fundunesp pelo apoio financeiro para a realização e apresentação deste trabalho.

<sup>1</sup> BRASIL, Decreto lei nº 4062 do ministério da Agricultura de 21/12/2001. Diário Oficial da União, Brasília, 03/01/2002.

<sup>2</sup> BRASIL, NR 13 do Ministério da Agricultura de 29/06/2005, Diário Oficial da União, Brasília, 30/06/2005.

<sup>3</sup> CARDOSO, D.R.; LIMA, B.S.; FRANCO, D.W.; NASCIMENTO, R.F. Química Nova v. 26, nº 2, 165-169, 2003.

<sup>4</sup> RIBANI, M.; BOTTOLI, C.B.G.; COLINS, C.H.; JARDIM, I.C.S.F.; MELO, L.F.C. Química Nova. v. 27, nº 5, 771-780, 2004.