



20º Seminário de  
Iniciação Científica e  
4º Seminário de Pós-graduação  
da Embrapa Amazônia Oriental

ANNAIS 2016

21 a 23 de setembro

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Amazônia Oriental  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*



20º Seminário de  
Iniciação Científica e  
4º Seminário de Pós-graduação  
da Embrapa Amazônia Oriental

ANNAIS 2016

21 a 23 de setembro

**Embrapa Amazônia Oriental**  
Belém, PA  
2016



## APLICAÇÃO DE ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO FTIR PARA QUANTIFICAÇÃO DE ÁLCOOIS EM SOLUÇÕES

Leonardo da Costa Carréra<sup>1</sup>, Roberto Lisboa Cunha<sup>2</sup>, Amanda Gabriela Paiva Carréra<sup>3</sup>, Rodrigo Oliveira Aguiar<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Bolsista Pibic Embrapa Amazônia Oriental, Laboratório de Análises de Sistemas Sustentáveis, l.leonardocarrera@gmail.com

<sup>2</sup>Pesquisador Embrapa Amazônia Oriental, Laboratório de Análise de Sistemas Sustentáveis, roberto.cunha@embrapa.br

<sup>3</sup>Pesquisadora Mestre em Biotecnologia Aplicada à Agropecuária, amandapaiva01@hotmail.com

<sup>4</sup>Pesquisador Mestre em Biotecnologia Aplicada à Agropecuária, rodrigoagro08@hotmail.com

**Resumo:** A espectroscopia no infravermelho médio com transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica alternativa de quantificação rápida, fácil manuseio, baixo custo e ampla aplicabilidade. O presente estudo utilizou-se da FTIR associada à análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados e análise gráfica dos espectrogramas para quantificar diferentes concentrações de metanol, etanol e propanol em soluções-padrão. As concentrações das soluções foram 0,1%; 0,25%; 0,5%; 1%; 2%; 3%; 4%; 5%; 10%; 20%; 30%; 40%; 50%; 60%;75% e 99,9 % de metanol, etanol e propanol. Observaram-se picos de absorbância de 0,106 para metanol; 0,070 para etanol e 0,143 para propanol, que correspondem aos números de onda 1017,0; 1043,7 e 1125,7  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente. A relação absorbância vs. concentração de álcoois metanol, etanol, e propanol mostrou as seguintes equações:  $y = 0,0055x + 0,0427$  com  $R^2$  de 0,9893;  $y = 0,0061x + 0,0928$  com  $R^2$  de 0,9937 e  $y = 0,002x + 0,0475$  com  $R^2$  de 0,9938, descrevendo a concentração de álcool para um determinado volume de solução. A técnica mostrou boa aplicabilidade na determinação de álcoois metanol, metano e propanol na faixa de concentração de 2% a 60%.

**Palavras-chave:** álcoois, determinação, FTIR

### Introdução

Existem atualmente vários métodos para quantificação de álcool em soluções, entre eles estão os métodos físico-químicos, métodos utilizando cromatografia gasosa, cromatografia líquida de alta performance (HPLC), métodos espectrográficos de infravermelho e métodos enzimáticos (FARIA et al., 2007). Uma das técnicas de análise amplamente difundida atualmente é a técnica de



espectroscopia no infravermelho médio com transformada de Fourier (FTIR), devido ao seu baixo custo na instrumentação, alta velocidade da aquisição de dados, facilidade de operação, além de diminuir os gastos com reagentes e amostra, sendo ainda uma técnica não destrutiva, permitindo determinação direta e rápida de várias propriedades sem pré -tratamento das amostras (SOARES et al., 2011).

A espectroscopia de infravermelho pode ser aplicada para determinações quantitativas e qualitativas de espécies moleculares de todos os tipos (MEDEIROS, 2009).

Essa determinação se faz importante em diversas áreas, como de combustíveis, bebidas, agricultura, polímeros, cosméticos, alimentos, pesquisa, entre outros. É amplamente utilizada para determinação de adulteração na quantidade de aditivos de gasolina, adulteração de bebidas e na pesquisa de um modo geral. Nesse ponto, ela abre um grande patamar para utilização, por ser de baixo custo e fácil instrumentalização. Portanto, objetivou-se nesse trabalho avaliar a aplicação da técnica de espectroscopia de infravermelho FTIR para a quantificação de álcoois em solução.

### **Material e Métodos**

O experimento foi conduzido no Laboratório de Análise de Sistemas Sustentáveis – LASS, da Embrapa Amazônia Oriental, em Belém – PA. Foram preparadas as soluções-padrão de concentração 0,1%; 0,25%; 0,5%; 1%; 2%; 3%; 4%; 5%; 10%; 20%; 30%; 40%; 50%; 60%; 75% e 99,9 % sendo utilizados os alcoóis Metanol (99,9% HPLC), Etanol (99,5% PA) e Propanol (99,8% HPLC). A leitura das soluções-padrão para obtenção dos perfis de espectrograma foi realizada em aparelho espectrofotômetro de infravermelho, modelo CARY 360 FTIR (Agilent), com auxílio do módulo acessório ATR (Reflectância Total Atenuada). As amostras foram analisadas na faixa espectral de 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ , sendo utilizados os modos de absorbância e a técnica ATR para as medições de FTIR. Os espectrogramas obtidos foram trabalhados no software OriginPro8, para a análise gráfica e os dados no Microsoft Excel.

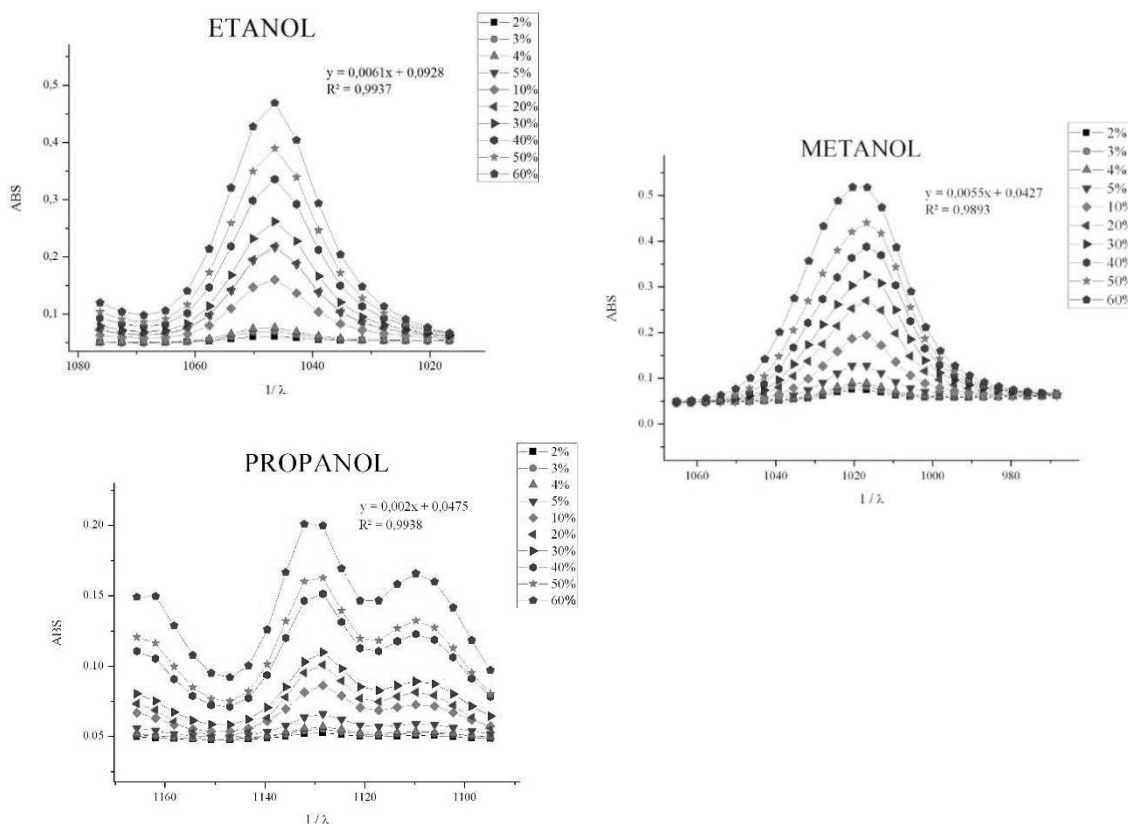
Para a determinação das concentrações dos álcoois, foi elaborada uma regressão relacionando os picos de absorbância com a quantidade conhecida de álcool em mL para cada solução, partindo do princípio de que a quantidade de luz absorvida é diretamente proporcional à concentração.



### Resultados e Discussão

A partir das análises de espectroscopia, foram observados os picos de absorbância de 0,106 para metanol; 0,070 para etanol e 0,143 para propanol, que correspondem aos números de onda 1017,0; 1043,7 e 1125,7  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente.

A relação de concentração vs. absorbância foi tratada por meio de regressão linear pelos mínimos quadrados, tendo-se a partir daí a equação:  $y = a + bx$ , onde  $y$  é a absorbância;  $x$  é a concentração;  $a$  = interseção com o eixo  $y$ , quando  $x$  é igual a zero; e  $b$  é a inclinação da curva analítica, ou sensibilidade (INMETRO, 2010). Para a relação absorbância vs. concentração de álcoois metanol, etanol, e propanol, foram encontradas as seguintes equações:  $y = 0,0055x + 0,0427$  (Figura 01);  $y = 0,0061x + 0,0928$  (Figura 02) e  $y = 0,002x + 0,0475$  (Figura 01) que descrevem a concentração de álcool para um determinado volume de solução.



**Figura 01** - Espectros de absorção no infravermelho médio para propanol 2%, 3%, 4%, 5%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50% e 60% nas bandas de absorção característicos do metanol, etanol e propanol.



A análise de linearidade mostra a habilidade de um método em gerar resultados que sejam diretamente proporcionais à concentração do analito em amostras, em uma determinada faixa de concentração (INMETRO, 2011). A técnica foi utilizada como método quantitativo, semelhante ao método proposto pela norma NBR 15568, da ABNT, para a determinação do teor de biodiesel no diesel. O método proposto tem como base a construção de modelos de regressão por mínimos quadrados parciais, com uso das regiões do espectro características das ligações C-O ( $1100-1200\text{ cm}^{-1}$ ) e C=O ( $1735-1750\text{ cm}^{-1}$ ) presente nos ésteres (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2008).

### Conclusão

A técnica demonstra margem para a aplicação da técnica de espectroscopia de infravermelho FTIR para a determinação dos álcoois metanol, etanol e propanol em soluções aquosas na faixa de concentração de 2% a 60%.

### Referências Bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15568:2008**: biodiesel - determinação do teor de biodiesel em óleo diesel por espectroscopia na região do infravermelho médio. Rio de Janeiro, 2008.

FARIA, R. C. M.; REZENDE, M. J. C.; PINTO, A. C. Quantificação de misturas biodiesel: diesel: desenvolvimento, validação e aplicação de uma nova metodologia empregando cromatografia gasosa espectroscopia de massas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS, 4., 2007, Campinas. **Artigos e resumos**. [Natal]: ABPG; [Campinas]: Unicamp, 2007.

INMETRO (Brasil). **Orientações sobre validação de métodos e ensaios químicos, DOQ-CGCRE-008**. [Rio de Janeiro], 2011. Revisão 04 – JUL/2011.

MEDEIROS, A. R. B. **Uso de ATR/FTIR e FTNIR associados a técnicas quimiométricas para quantificação de aditivos em gasolina automotiva**. 2009. 76 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Brasília, Brasília, DF.

SOARES, I. P.; REZENDE, T. F.; PEREIRA, R. C. P.; SANTOS, C. G.; FORTES, I. C. P. Determination of biodiesel adulteration with raw vegetable oil from ATR-FTIR data using chemometric tools. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 22, n. 7, p. 1229-1235, jul. 2011.