

AVALIAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO ACÉTICO NO VINAGRE DE ÁLCOOL COMERCIALIZADO NA CIDADE DE MANAUS PELO MÉTODO TÍTULOMÉTRICO

Katiana C. Da Costa¹; Savio R. M. Sarkis ^{1,2}; Bruno A. Gonçalves¹; Chaiely B. Gomes¹; Pedro H. H. Dias¹; Liliam Gleicy S. Oliveira ¹

1 Centro Universitário Luterano de Manaus (CEULM/ULBRA MANAUS), Engenharia Química.

2 Instituto Federal do Amazonas, Campus MANAUS-AM.

Palavras-Chave: acidez, fermentado de fruta, titulação.

Introdução

Os vinagres são soluções aquosas acidulantes naturais compostos principalmente por ácido acético (CH_3COOH), amplamente empregados na gastronomia como conservantes e condimentos, produzido pela oxidação bacteriana, álcool etílico e ácido acético diluído (Lastra-Mejías et al., 2020; Ya-Nan et al., 2024). Para avaliar a concentração ou massas desses produtos, é frequentemente utilizada como parâmetro o teor geral de acidez e, conseqüentemente, é considerada uma métrica de qualidade do produto final (Chen et al., 2012).

Uma técnica analítica comumente empregada para determinar a concentração de ácido acético no vinagre é o método titulométrico, também conhecido como titulação de neutralização (Skoog et al., 2014). Este método consiste na adição de uma solução padrão, onde o hidróxido de sódio (NaOH), será utilizado como titulante, sobre uma solução de vinagre que será titulada, até que a reação de neutralização entre o ácido e a base esteja completa. A concentração do ácido presente na amostra pode então ser calculada com base na quantidade de titulante adicionada (Vogel, 1981; Mendham et al., 2002).

A determinação precisa do ponto de equivalência, o momento em que a quantidade de titulante adicionada é quimicamente equivalente à quantidade de ácido presente na amostra, é crucial para a acurácia do método. Indicadores de pH, como os indicadores ácido-base, são frequentemente empregados para sinalizar essa mudança através de uma alteração na cor da solução (Baccan et al., 2011; Mercê, 2012). No entanto, a precisão da titulação pode ser afetada por fatores como a presença de impurezas na solução de NaOH, o que torna necessária a padronização e estudo prévio dessa solução (Lima et al., 2020).

A partir da medida da quantidade da solução padrão necessária para reagir totalmente com a amostra de solução e a reação química envolvida, obtém-se a concentração da substância analisada. (Harris, 2016). O ponto de viragem experimental no qual é sinalizado o final da titulação pode ser torna difícil devido a efeitos tamponantes gerados no meio reagente, que podem afetar a ação dos indicadores (Baccan et al., 2001). Na análise titulométrica é essencial observar que o número de equivalentes dos reagentes esteja equilibrado para assegurar a confiabilidade do método (Mercê 2012). Assim este trabalho teve como objetivo determinar o teor de ácido acético 4 amostras de vinagre comercializados na cidade de Manaus, e verificar se os mesmos estão atendendo à norma vigente. A concentração desse ácido no vinagre é um fator determinante para a sua qualidade, visto que deve situar-se entre 4% e 6% (m/v) para fins de consumo e eficácia, de acordo com a legislação brasileira (Lima et al., 2020).

Material e Métodos

Esta metodologia foi realizada em duas etapas, a primeira foi a Padronização da solução de NaOH 0,1 mol/L e a segunda a Determinação do Teor do Ácido Acético em 4 amostra de Vinagre:

Padronização de NaOH 0,1 mol/L

Preparou-se uma solução de 0,1 N de NaOH com o volume de 250 mL a partir de uma solução 1,0 mol/L (diluição: $V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$). Em um erlenmeyer de 250 mL, pesou-se analiticamente, aproximadamente 0,400 g de biftalato de potássio ($C_8H_5KO_4$). Adicionou-se 30 mL de água destilada e agitou-se cuidadosamente para dissolução total desse sal. Adicionou-se 3 gotas de fenolftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$). Homogeneizou-se. Titulou-se a amostra com a solução preparada de NaOH 0,1 mol/L até primeira coloração rósea clara que se perdurou por 30 segundos. Anotou-se os volumes de NaOH. O cálculo da normalidade real foi feito de acordo com a Equação (1):

$$M_r = \frac{m_b}{MM_{bif} V_{tit}} \quad (1)$$

Onde: M_r - a Normalidade real da solução preparada; m_b - a massa da amostra pesada de biftalato de potássio; MM_{bif} - é Equivalente grama do padrão (biftalato) e V_{tit} - é volume da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação do biftalato. O Fator de correção da base foi calculado após seu preparo.

Determinação do teor do Ácido Acético nos Vinagres (maçã, limão, alho e banana)

Para determinar o teor do Ácido Acético nos Vinagres realizou-se no laboratório de Química Analítica do CEULM, as pesagens de um pesa filtro seco e limpo em uma balança analítica da marca ADA modelo 210 L com resolução de 0,0001g. Foram anotadas as massas do pesa filtro sem e com tampa, e na sequência as massas da amostra de vinagre no pesa filtro com e sem tampa, procedendo-se as devidas anotações. Utilizou-se uma pipeta com uma alíquota de 10,0 mL de vinagre cuidadosamente e adicionada ao pesa filtro sem tampa (Figura 1). Realizou-se uma nova pesagem do pesa filtro para obter a massa do vinagre. Transferiu-se os 10,0 mL do vinagre pesado para um balão volumétrico de 100 mL em seguida foi lavado o pesa filtro com água destilada e adicionou-se o resíduo no balão (Figura 2). Acrescentou-se água destilada ao balão até a aferição e realizou-se a homogeneização. Após a homogeneização da solução o balão, o mesmo foi identificado. Para o procedimento de titulação lavou-se a bureta de 25 mL com porções de 5 mL da solução padronizada de NaOH a 0,1 mol/L e, em seguida, preenchida até o menisco com a solução padronizada com auxílio de um funil de vidro e um béquer de 100 mL. Preparou-se a solução de vinagre a ser titulada tomando-se um volume de 20 mL com o auxílio de uma pipeta volumétrica e transferindo-se o volume para um erlenmeyer de 250 mL completada com adição de 40,0 mL de água destilada e 3 gotas de indicador fenolftaleína. Titulou-se as amostras com a solução NaOH 0,1 mol/L até primeira coloração rósea clara que perdurou por mais de 30 segundos. Esse procedimento foi realizado para cada uma das amostras (vinagre: maçã, alho, limão e banana), e em duplicata.

O cálculo do teor de ácido acético (CH_3COOH) no vinagre analisado foi feito de acordo com a Equação (2):

$$\% \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{V_b N_b \text{Mega} 100v}{M_{am} V} \quad (2)$$

Onde: V_b - o volume da base em mililitro; N_b - a normalidade da base; Mega - é meg do ácido acético; M_{am} - a massa da amostra em grama; V - o volume do balão volumétrico utilizado em mililitro e v - o volume da alíquota em mililitros.

Figura 1. Pesagem das Amostras para titulação

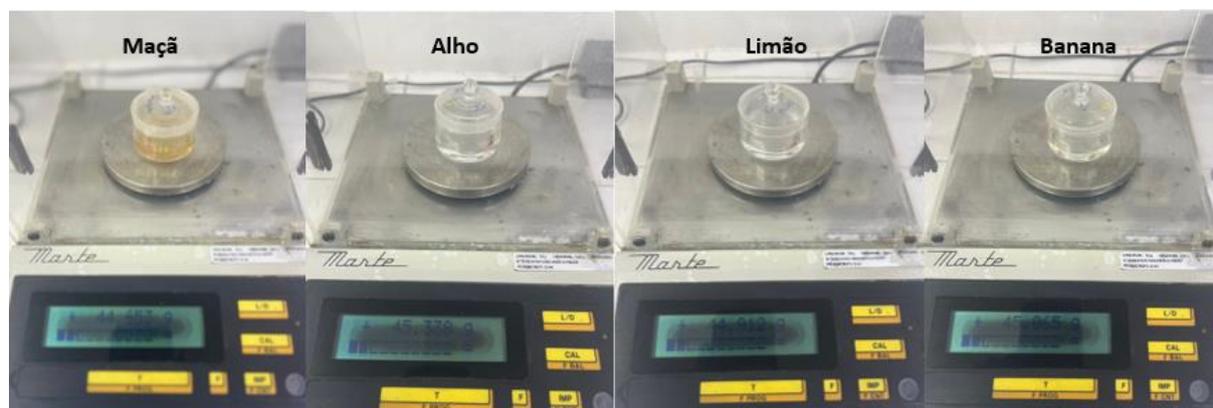


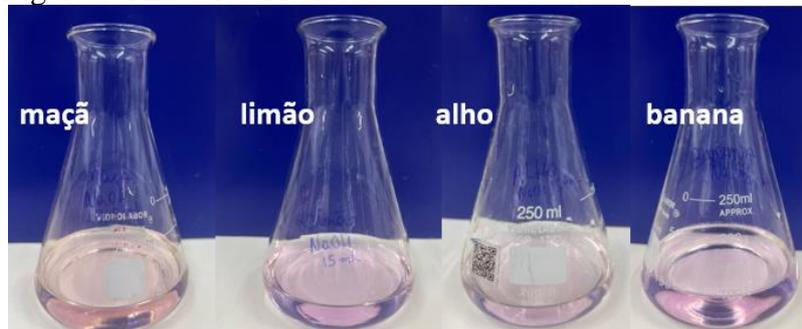
Figura 2. Preparo das Amostras para titulação



Resultados e Discussão

O resultado das titulações das amostras de vinagre (maçã, alho, limão e banana), mostra a coloração rosa claro, indicando que esse ponto está mais próximo do ponto de equilíbrio. Figura 3.

Figura 3. Amostras Tituladas



Abaixo segue, as massas e volume referente ao preparo das amostras de ácido acético resultando nas seguidas informações da Tabela 1.

Tabela 1 – Amostra de solução de ácido acético (vinagre)

Propriedade	Maçã	Alho	Limão	Banana
Pesa filtro vazio s/ tampa (g)	26,267	25,649	25,377	26,122
Pesa filtro vazio c/ tampa (g)	34,722	35,269	34,930	35,236
Pesa filtro vazio s/ tampa + vinagre (g)	36,198	35,718	35,359	35,951
Pesa filtro vazio c/ tampa + vinagre (g)	44,653	45,338	44,912	45,065
Peso do vinagre (g)	9,931	10,069	9,982	9,829
Volume de diluição da amostra (mL)	90	90	90	90

Fonte: Autores, (2024)

O preparo da titulação das amostras de ácido acético resultou nas seguidas informações da Tabela 2. Os volumes obtidos é o resultado médio das titulações feitas em duplicada.

Tabela 2 – Volumes de titulado, Titulante gasto e Teor de acidez das Amostras de Vinagre

Propriedade	Maçã	Alho	Limão	Banana
Normalidade da sol. Padrão de NaOH (mol/mL)	0,01	0,01	0,01	0,01
Volume de solução titulado (mL)	60	60	60	60
Indicador fenolftaleína (gotas)	3	3	3	3
Volume de NaOH gasto (mL)	13,5	15,0	15,9	19,1
teor de CH ₃ COOH (%) da análise	4,08	4,47	4,78	5,83
teor de CH ₃ COOH (%) do rotulo	4	4	4	4

Fonte: Autores, (2024)

Resultado do teor de ácido acético (CH_3COOH) no vinagre de acordo com a Equação (2), visto na metodologia.

Maçã

$$\% \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{(13,5 \times 0,1 \times 60,055)100}{1000 \times 9,931 \frac{20}{100}} = 4,08\%$$

Alho

$$\% \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{(15,0 \times 0,1 \times 60,055)100}{1000 \times 10,069 \frac{20}{100}} = 4,47\%$$

Limão

$$\% \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{(15,9 \times 0,1 \times 60,055)100}{1000 \times 9,982 \frac{20}{100}} = 4,78\%$$

Banana

$$\% \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{(19,1 \times 0,1 \times 60,055)100}{1000 \times 9,829 \frac{20}{100}} = 5,83\%$$

O teor de ácido acético no vinagre (teor de acidez), é crucial para determinar suas características e usos. No Brasil, de acordo com a Instrução Normativa nº 16, de 19 de março de 2020 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento e a Instrução Normativa SDA/MAPA nº 140/2024, estabelece diretrizes para a comercialização de vinagres.

As amostras analisadas de Vinagre (maçã, alho e limão), apresentaram os seguintes teores de acidez 4,08% (maçã), 4,47% (alho) e 4,78% (limão). O vinagre de banana apresentou um teor de acidez mais elevado, com 5,83%, esses valores estão em conformidade segundo o MAPA, onde informa o parâmetro de acidez volátil mínimo 4 g/100 mL, o mesmo não estabelece valor máximo. O grau de acidez dessas amostras ficou da seguinte maneira (banana > limão > alho > maçã), sendo o de maçã, o de menor acidez, e o de maior, o de banana. Logo as análises das amostras de vinagres comercializados na cidade de Manaus apresentaram resultados de acordo dos parâmetros estabelecidos pela Instrução Normativa nº 16/2020.

Conclusões

Foi observado através de método titulométrico, para determinar o teor do ácido acético nas amostras de vinagres analisadas neste trabalho, que os valores encontrados estão conforme o parâmetro normativo. No entanto, esses valores de acidez volátil g/mL não são limitantes pela Instrução Normativa nº 16/2020 conforme descrito.

Agradecimentos

À nossa orientadora, Prof.^a Dr.^a Liliam Gleicy pela solicitude em nos orientar, ao CEULM/ULBRA, pela cessão de livros, reagentes, vidrarias e o laboratório do Centro Universitário para que os experimentos fossem realizados com o mínimo de interferentes.



Referências

- A M. Lastra-Mejías, E. González-Flores, M. Izquierdo, J.C. Cancilla, J.S. Torrecilla Cognitive chaos on spectrofluorometric data to quantitatively unmask adulterations of a PDO vinegar. **Food Control**, 108 (2020).
- Baccan, N.; Andrade, J. C. de; Godinho, O. E. S.; Barone, J. S. **Química analítica quantitativa elementar**. São Paulo S. P.: 3 ed. Edgard BLucher, 2001.
- Brasil. Ministério de Agricultura Pecuária e Abastecimento. **Instrução normativa nº16**. Brasília: 19 de março de 2020.
- Chen, Q.; Ding, J.; Cai, J.; Zhao, J. Rapid measurement of total acid content (TAC) in vinegar using near infrared spectroscopy based on efficient variables selection algorithm and nonlinear regression tools **Food Chem.**, 135 (2012), pp. 590-595. < Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/22868133>. > Acesso em: 19 jun. 2024.
- Harris, D. C. **Química Analítica Quantitativa**. ISBN 978-85-216-2694-1 9. ed. – Rio de Janeiro: LTC: Academic Press, 2016.
- Lima, T. S.; Paiva, L. C. C.; Muslera, V. S.; Coelho, T. B.; Viana, A. A. Dos S.; Souza, P. F.; Barros, F. S. P.; Oliveira, L. A.; Castro, A. E. A. De; Gusmão, R. da S. Análise comparativa do teor de diferentes marcas de vinagres comercializadas no Brasil frente ao especificado no rótulo. **Química Nova**, **Revista Brasileira de Ciências Biomédicas**, v. 1, n. 3, p. 134–141, 2020.
- Mendham, J.; Denney, R. C.; Barnes, J. D.; Thomas, M. J. K. **Vogel análise química quantitativa**. São Paulo S. P.: LTC, 2002.
- Mercê, A. L. R. **Iniciação à química analítica quantitativa não instrumental**. Ebook. < Disponível em: <https://plataforma.bvirtual.com.br>. > Acesso em: 11 mar. 2024: 1. ed. Curitiba: Intersaberes, 2012.
- Skoog, D. A.; West, D. M.; Holler, F. J.; Crouch., S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. São Paulo. S.P.: ISBN 978-85-221-1805-4 9. ed. Cengage Learning, 2014.
- Vogel, A. I. **Química Analítica Qualitativa**. São Paulo S. P.: Mestre Jou, 1981.
- Ya-Nan Li, Ming-Ye Peng, Zhen-Ming Lu, Yan-Lin Dong, Li-Juan Chai, Jin-Song Shi, Xiao-Juan Zhang, Zheng-Hong Xu, *Lactiplantibacillus plantarum* and *Komagataeibacter europaeus* enhance energy metabolism, acetic acid and aromatic amino acids catabolism flux in cider vinegar fermentation, **LWT – Food Science and Technology**, Volume 198, pages 115968. < Disponível em: <https://colab.ws/articles/10.1016%2Fj.lwt.2024.115968>. > Acesso em: 19 jun. 2024.