

Método qualitativo de separação alcalina mediada por corante para rastreamento preliminar de metanol em amostras de bebidas alcoólicas destiladas

Qualitative alkaline separation method mediated by dye for preliminary screening of methanol in distilled alcoholic beverages

Método cualitativo de separación alcalina mediada por colorante para el rastreo preliminar de metanol en bebidas alcohólicas destiladas

Recebido: 11/12/2025 | Revisado: 17/12/2025 | Aceitado: 17/12/2025 | Publicado: 18/12/2025

Bruno de Araújo Faria

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8858-6696>

Polícia Civil do Estado de Minas Gerais, Brasil

E-mail: bafaria@terra.com.br

Alice Cordovil Matos

ORCID: <https://orcid.org/0009-0001-4873-2169>

Universidade Federal de Juiz de Fora, Brasil

E-mail: alice.cordoviljf@gmail.com

Luiz Felipe Cantarino Adriano

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-3580-1363>

Universidade Federal de Juiz de Fora, Brasil

E-mail: luizfelipe.cantarino@estudante.ufjf.br

Resumo

O presente estudo teve por objetivo desenvolver e avaliar um método qualitativo simples, de baixo custo e rápida execução para o rastreamento preliminar de metanol em bebidas alcoólicas destiladas, fundamentado na indução de separação alcalina mediada por corante. O procedimento consistiu na adição de hidróxido de sódio sólido e corante alimentício em gel a amostras comerciais e soluções de referência, seguido de agitação e breve repouso, permitindo observar a formação de duas fases em bebidas isentas de metanol e de fase única homogênea em amostras adulteradas acima de determinado limiar. Foram analisadas diversas categorias de destilados, bem como soluções preparadas com concentrações decrescentes de metanol. Os resultados demonstraram elevada reprodutibilidade para amostras positivas e negativas, identificando-se uma zona de transição entre 1,5% e 4% (v/v), na qual a miscibilidade apresentou comportamento variável. Concentrações iguais ou superiores a 5% produziram resultados positivos inequívocos. Todas as bebidas comerciais avaliadas mostraram-se isentas de metanol dentro da sensibilidade do método. Conclui-se que a técnica proposta é adequada como ferramenta de triagem preliminar, apresentando sensibilidade compatível com as concentrações de metanol geralmente encontradas em bebidas adulteradas envolvidas em surtos de intoxicação, constituindo instrumento útil para fiscalização, investigação forense e ações preventivas em saúde pública.

Palavras-chave: Metanol; Fraudes em bebidas; Triagem analítica; Separação líquido-líquido; Química forense.

Abstract

The present study aimed to develop and evaluate a simple, low-cost, and rapid qualitative method for the preliminary screening of methanol in distilled alcoholic beverages, based on the induction of alkaline separation mediated by a dye. The procedure consisted of adding solid sodium hydroxide and a gel food dye to commercial beverages and reference solutions, followed by manual agitation and brief resting, allowing visual distinction between samples free of methanol—which formed two well-defined phases—and adulterated samples above a critical threshold, which exhibited a single homogeneous phase. Several categories of distilled spirits were analyzed, as well as solutions prepared with decreasing concentrations of methanol. The results demonstrated high reproducibility for both positive and negative samples, while revealing a transition zone between 1.5% and 4% (v/v) in which miscibility exhibited variable behavior. Concentrations equal to or greater than 5% produced unequivocally positive results. All commercial beverages tested were free of methanol within the sensitivity of the method. It is concluded that the proposed technique is suitable as a preliminary screening tool, with sensitivity compatible with methanol

concentrations typically found in adulterated beverages associated with poisoning outbreaks, thus offering a valuable resource for inspection activities, forensic investigations, and public health prevention efforts.

Keywords: Methanol; Alcoholic beverages fraud; Analytical screening; Liquid–liquid separation; Forensic chemistry.

Resumen

El presente estudio tuvo como objetivo desarrollar y evaluar un método cualitativo simple, de bajo costo y rápida ejecución para el rastreo preliminar de metanol en bebidas alcohólicas destiladas, fundamentado en la inducción de una separación alcalina mediada por colorante. El procedimiento consistió en la adición de hidróxido de sodio sólido y un colorante alimentario en gel a muestras comerciales y a soluciones de referencia, seguido de agitación manual y un breve reposo, lo que permitió distinguir visualmente entre muestras libres de metanol — que formaron dos fases bien definidas — y muestras adulteradas por encima de un umbral crítico, las cuales presentaron una única fase homogénea. Se analizaron diversas categorías de destilados, así como soluciones preparadas con concentraciones decrecientes de metanol. Los resultados demostraron alta reproducibilidad para muestras positivas y negativas, además de revelar una zona de transición entre 1,5% y 4% (v/v) en la que la miscibilidad mostró un comportamiento variable. Concentraciones iguales o superiores al 5% produjeron resultados inequívocamente positivos. Todas las bebidas comerciales evaluadas estuvieron libres de metanol dentro de la sensibilidad del método. Se concluye que la técnica propuesta es adecuada como herramienta preliminar de tamizaje, con una sensibilidad compatible con las concentraciones de metanol típicamente encontradas en bebidas fraudulentas asociadas a brotes de intoxicación, constituyéndose así en un recurso valioso para la inspección, la investigación forense y las acciones preventivas en salud pública.

Palabras clave: Metanol; Fraude en bebidas alcohólicas; Tamizaje analítico; Separación líquido-líquido; Química forense.

1. Introdução

A adulteração de bebidas alcoólicas por metanol constitui fenômeno recorrente e de inequívoca gravidade, permeando simultaneamente as esferas da saúde pública, do controle de qualidade industrial e da persecução penal. Episódios recentes e históricos, no Brasil e em diversos outros países, atestam que a contaminação deliberada ou acidental de destilados por esse álcool de reconhecida toxicidade segue sendo responsável por surtos de morbimortalidade expressiva, sobretudo em contextos de produção clandestina ou comércio informal (Bryan & Hill, 2024; OECD, 2022). Uma vez ingerido, o metanol é metabolizado a formaldeído e, subsequentemente, ao íon formiato, metabólitos responsáveis por acidose metabólica grave, lesões ópticas irreversíveis e, não raras vezes, desfecho fatal na ausência de intervenção clínica precoce (UpToDate, 2024; Barceloux et al., 2002; Brasil, Ministério da Saúde, 2025b).

O cenário epidemiológico brasileiro recente evidência de maneira contundente a atualidade e a gravidade do problema. Em 2025, surtos de intoxicação por bebidas adulteradas acometeram múltiplos estados da Federação, totalizando ao menos 62 casos confirmados e 16 óbitos, com concentração notável no estado de São Paulo (Brasil, Ministério da Saúde/Secom, 2025a). Esse quadro soma-se a episódios outrora registrados, como o surto ocorrido na Bahia em 1999, no qual 35 pessoas vieram a óbito após consumirem bebidas contaminadas com metanol em concentrações elevadas (Exame, 2025). Tal recorrência histórica revela não apenas a vulnerabilidade dos mecanismos de fiscalização, mas a necessidade premente de instrumentos analíticos ágeis e acessíveis que permitam identificar, de modo inequívoco, adulterações perigosas.

A despeito desse panorama alarmante, persiste lacuna significativa entre a urgência epidemiológica e a disponibilidade de métodos simples, rápidos e economicamente viáveis para triagem preliminar de metanol em campo (Nekoukar et al., 2021). As técnicas instrumentais consagradas: cromatografia gasosa, espectroscopia infravermelha, entre outras, requerem infraestrutura laboratorial especializada, padronização rigorosa e operadores treinados, limitações que inviabilizam sua utilização em inspeções improvisadas, operações de flagrante, zonas rurais ou situações emergenciais, nas quais decisões imediatas frequentemente se impõem (Flott & Caplan, 2014).

Neste contexto, métodos qualitativos de leitura direta despontam como ferramentas de elevada utilidade prática, sobretudo quando baseados em princípios físico-químicos robustos que permitam diferenciação inequívoca entre matrizes

etanólicas puras e bebidas adulteradas com metanol. A concepção de um procedimento visual, de baixo custo, independente de instrumentação e facilmente aplicável por Peritos Criminais e agentes de vigilância sanitária constitui avanço desejável frente ao cenário atual.

O presente estudo teve por objetivo desenvolver e avaliar um método qualitativo simples, de baixo custo e rápida execução para o rastreamento preliminar de metanol em bebidas alcoólicas destiladas, fundamentado na indução de separação alcalina mediada por corante. Ao explorar diferenças intrínsecas no comportamento de miscibilidade de álcoois de curta cadeia sob condições altamente alcalinas, a técnica oferece uma resposta visual imediata e de interpretação inequívoca, potencialmente capaz de auxiliar ações de fiscalização, investigações criminais envolvendo fraudes e iniciativas de prevenção de intoxicações em contexto populacional.

2. Metodologia

Realizou-se uma pesquisa experimental, laboratorial de natureza qualitativa (Pereira et al., 2018) para avaliação de método qualitativo de separação alcalina cromática para rastreamento de metanol em bebidas alcoólicas destiladas

O delineamento experimental foi conduzido com vistas à avaliação sistemática do método proposto neste trabalho, de modo a verificar sua reprodutibilidade, sua aplicabilidade em matrizes comerciais diversas e seu limite operacional de detecção.

2.1 Fundamentação físico-química essencial do método

O método baseia-se na indução de separação de fases em sistemas hidroalcoólicos fortemente alcalinizados, fenômeno classicamente descrito como salting-out (ou, a rigor, basing-out), no qual a elevada força iônica reduz a atividade da água e diminui sua afinidade por solventes orgânicos menos polares (Majors, 2009; Tang & Weng, 2013; Vizcaíno et al., 2018). Em presença de hidróxido de sódio sólido, a dissolução parcial do eletrólito gera um meio de pH extremo, altamente estruturado e energeticamente desfavorável para a permanência homogênea de etanol na matriz aquosa (Fakhari et al., 2025). Dessa reorganização molecular resulta a formação de um sistema bifásico estável: uma fase superior majoritariamente etanólica e uma fase inferior aquosa concentrada em NaOH.

O metanol, por sua vez, apresenta maior polaridade e menor volume molar que o etanol, interagindo mais eficientemente com a fase iônica e modulando a miscibilidade do sistema. Em concentrações suficientemente elevadas, o metanol reduz o efeito basing-out e favorece a miscibilização etanol-água, impedindo a formação do regime bifásico característico.

Em síntese, a alteração na arquitetura líquido-líquido do sistema constitui o cerne analítico do método: bebidas isentas de metanol exibem duas fases imiscíveis, facilmente distinguíveis tanto pela coloração quanto pelo contraste físico; bebidas adulteradas acima da concentração limiar exibem apenas uma fase homogênea, sem separação discernível. A dinâmica observada é consistente com modelos clássicos de solvatação e interação entre solventes próticos de baixa massa molecular na presença de eletrólitos concentrados.

2.2 Reagentes, materiais e recipientes

Foram empregados 50 mL de cada bebida analisada, 20 g de hidróxido de sódio sólido comercial (soda cáustica 99%, usualmente disponível em supermercados) e 2 gotas de corante alimentício em gel composto principalmente por tartrazina e azul brilhante FCF. A função do corante é maximizar o contraste visual entre as fases e sinalizar a saturação alcalina do meio,

em que pese a diferenciação estrutural permanecer observável mesmo sem o auxílio cromático. As análises foram conduzidas em erlenmeyers de vidro de 125 mL.

2.3 Amostras analisadas

As bebidas comerciais avaliadas compreenderam uma diversidade de matrizes destiladas, distribuídas conforme segue:

- Cachaça: 2 marcas
- Conhaque: 1 marca
- Gin: 2 marcas
- Rum prata: 2 marcas
- Rum ouro: 2 marcas
- Vodka: 4 marcas
- Whisky: 2 marcas
- Absinto: 1 marca
- Tequila: 1 marca

Para fins de controle experimental, prepararam-se duas soluções de referência:

- Referência negativa: solução hidroalcoólica contendo 50% v/v de etanol, isenta de metanol.
- Referência positiva: solução contendo 25% v/v de etanol, 25% v/v de metanol e 50% v/v de água, de modo a simular adulteração evidente.

A solução-padrão positiva adotada neste estudo foi deliberadamente selecionada por refletir um cenário de adulteração grave e amplamente documentado na literatura forense e toxicológica. Concentrações de metanol nessa ordem têm sido reiteradamente identificadas em bebidas clandestinas envolvidas em surtos de intoxicação, tanto no Brasil quanto em outros países, representando o padrão empírico das fraudes de maior letalidade e impacto epidemiológico (OPAS/OMS, 2025; Ndikumana et al., 2024). A adoção de uma mistura equimolar de etanol e metanol assegura a criação de um controle positivo estruturalmente robusto, capaz de reproduzir, de forma fidedigna, a profunda alteração da arquitetura líquido-líquido observada em matrizes fraudulentas reais. Tal escolha se coaduna com a necessidade de validar o método frente a condições que efetivamente traduzem risco sanitário e criminal, conferindo maior solidez à avaliação da sensibilidade analítica e reforçando a pertinência operacional da técnica em contextos de fiscalização, vigilância e investigação pericial.

2.4 Determinação do limite de detecção qualitativo

De modo a estabelecer o limiar mínimo de concentração de metanol capaz de impedir a separação bifásica característica, foi selecionada uma das vodkas comerciais, bebida amplamente consumida e com teor alcoólico elevado e estável. A partir dessa matriz, prepararam-se soluções adulteradas com concentrações decrescentes de metanol, quais sejam: 50%, 40%, 30%, 20%, 15%, 10%, 5%, 4%, 3%, 2%, 1,5% e 1% (v/v).

Essa estratégia permitiu avaliar, de forma graduada, a influência da proporção de metanol na capacidade do sistema de estabelecer miscibilidade entre as fases aquosa iônica e alcoólica, bem como identificar o ponto crítico de transição entre a formação de duas fases e a homogeneização completa do meio.

2.5 Procedimento experimental

Para cada amostra analisada, transferiram-se para um Erlenmeyer 50 mL da bebida ou solução de referência. Em seguida, incorporaram-se duas gotas do corante alimentício em gel, procedendo-se posteriormente à adição de 20 g de hidróxido de sódio sólido. A mistura foi submetida à agitação manual vigorosa por alguns segundos, observando-se a mudança cromática decorrente do aumento abrupto do pH. Posteriormente, manteve-se a agitação por aproximadamente 30 segundos, assegurando a distribuição homogênea do corante e a dissolução parcial da base. Após esse período, o sistema foi deixado em repouso por alguns segundos, permitindo o estabelecimento das características estruturais distintas:

(a) formação de duas fases (superior vermelha, predominantemente etanólica; e inferior amarela, aquosa-alcalina): nas bebidas isentas de metanol;

(b) formação de uma única fase (alaranjada, homogênea): nas bebidas adulteradas com metanol em concentrações superiores ao limiar crítico.

A adição dos 20 g de hidróxido de sódio ao volume reacional de 50 mL resulta em uma concentração molar final aproximada de 10 mol/L. Essa condição de alcalinidade extrema e saturação iônica é determinante para induzir a ruptura das interações intermoleculares entre etanol e água, forçando a segregação de fases observada.

Com o intuito de conferir robustez estatística aos achados e mitigar a influência de variâncias estocásticas inerentes à inspeção visual, o delineamento experimental foi conduzido sob rigorosa repetição. Todos os ensaios, abrangendo tanto as matrizes comerciais quanto as soluções de referência, foram executados em quintuplicata analítica e a determinação dos resultados obedeceu a critérios de concordância absoluta entre as replicatas. Para o intervalo de transição (1,5% a 4% v/v), procedeu-se ao cálculo da frequência relativa de observações positivas e negativas, permitindo o mapeamento da zona de incerteza do método com maior precisão e a definição fidedigna dos limites de sensibilidade e especificidade da técnica proposta.

2.6 Limitações operacionais

Para a avaliação de destilados envelhecidos ou com coloração escura intensa (por exemplo, whiskies, conhaques, cachaças e runs escuros), a visualização da interface de separação pode ser dificultada pela opacidade da matriz. Nesses casos, recomenda-se posicionar o frasco contra uma fonte de luz intensa (luz natural incidente ou feixe de lanterna) em contraluz. Essa técnica permite identificar com clareza a linha de demarcação entre a fase superior e a fase inferior, mitigando potenciais erros de interpretação decorrentes da cor intrínseca da bebida.

Deve-se acrescentar ainda que, bebidas com alto teor de açúcar, como licores, cremes e certas batidas, não foram contempladas neste escopo. A presença de altas concentrações de sacarose ou xaropes aumenta a densidade e a viscosidade do meio, podendo competir pela água de solvatação e alterar a dinâmica do teste. Dessa forma, a aplicação do método em bebidas açucaradas requer validação suplementar para afastar a hipótese de interferência nos resultados.

2.7 Aspectos de segurança e toxicidade

A operacionalização deste protocolo analítico envolve riscos químicos e termodinâmicos consideráveis, o que impõe restrições severas quanto à qualificação do operador. A solvatação rápida de 20 g de hidróxido de sódio em meio hidroalcoólico de volume reduzido (50 mL) desencadeia um processo exotérmico violento e imediato. A liberação abrupta de entalpia é capaz de elevar a temperatura da mistura a patamares próximos ou superiores ao ponto de ebulição dos álcoois presentes, promovendo a volatilização agressiva de vapores tóxicos (etanol e metanol) e aerossóis cáusticos. Ademais, a instabilidade térmica gerada durante a agitação manual acarreta risco iminente de projeção de material corrosivo de pH

extremo ($\text{pH} \approx 14$). Diante de tal periculosidade, a aplicação do método deve ser estritamente reservada a profissionais habilitados (Peritos Criminais, Químicos Analistas, Agentes de Fiscalização ou pessoas treinadas), preferencialmente em ambiente laboratorial provido de capela de exaustão ou, em operações de campo, mediante utilização mandatória de Equipamentos de Proteção Individual (EPIs) de alta resistência química, incluindo óculos de ampla visão, luvas de nitrila e vestimenta adequada. Desaconselha-se, de modo veemente, a utilização desta técnica pelo público leigo ou em ambientes domésticos, dada a ausência de controle de contenção de acidentes.

2.8 Gerenciamento de resíduos e preservação de provas

O resíduo gerado após a análise caracteriza-se por extrema alcalinidade ($\text{pH} \approx 14$) e elevada força iônica. Para resultados negativos (ausência de metanol), o descarte direto na rede de esgoto é contraindicado devido ao potencial corrosivo. Recomenda-se a neutralização prévia da solução mediante adição cautelosa de solução ácida diluída (p.e.: vinagre ou ácido cítrico) até a obtenção de pH próximo à neutralidade, seguida de diluição em água corrente antes do descarte.

Ressalta-se que, no contexto de fiscalização e perícia, as amostras que apresentarem resultado positivo (fase única homogênea) constituem, por definição, prova material de ilícito penal contra a saúde pública. Nestas circunstâncias, impõe-se o acondicionamento imediato das amostras e invólucros devidamente lacrados, a serem custodiados para subsequente análise instrumental confirmatória e instrução do inquérito policial competente.

3. Resultados

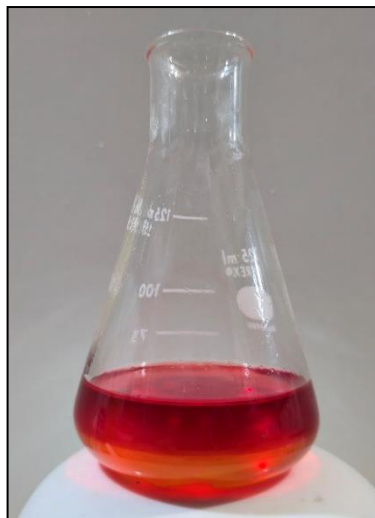
3.1 Comportamento das amostras de referência

A aplicação do método às soluções de referência permitiu estabelecer, de maneira inequívoca, o padrão visual esperado para amostras isentas de metanol e para amostras adulteradas. A referência negativa, composta por solução hidroalcoólica contendo apenas etanol e água, apresentou formação reprodutível de duas fases após a alcalinização: uma fase superior vermelha, majoritariamente etanólica e uma fase inferior amarela, composta pela matriz aquosa fortemente basificada (Figura 1).

Já a referência positiva, contendo proporções equivalentes de etanol e metanol, exibiu completa miscibilização do sistema após o período de agitação e repouso, com estabelecimento de uma única fase homogênea de coloração alaranjada (Figura 2).

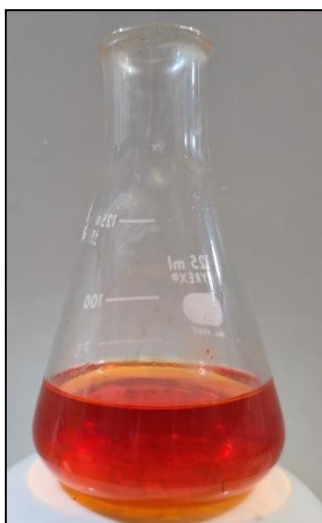
Esses resultados constituem o modelo analítico fundamental do método, que se apoia na distinção visual entre o regime bifásico (amostras isentas de metanol) e o regime monofásico (amostras adulteradas acima de uma concentração crítica).

Figura 1 - Resultado negativo para metanol (referência negativa) com duas fases nitidamente formadas.



Fonte: Acervo pessoal dos Autores.

Figura 2 - Resultado positivo para metanol (referência positiva) com fase única alaranjada.



Fonte: Acervo pessoal dos Autores.

3.2 Análise das bebidas alcoólicas comerciais

Todas as bebidas comerciais testadas, quais sejam: cachaças, gins, runs (prata e ouro), vodkas, whiskies, conhaque, tequila e absinto apresentaram resultado negativo pelo método, com formação clara e estável de duas fases, sem qualquer evidência de miscibilidade total do sistema. Nenhuma das amostras avaliadas demonstrou comportamento compatível com adulteração por metanol dentro das condições experimentais estabelecidas.

Essa consistência reforça a aplicabilidade do método como ferramenta de triagem preliminar, sensível às adulterações que efetivamente perturbam as interações intermoleculares responsáveis pela separação bifásica.

3.3 Determinação experimental do limite de detecção qualitativo

A avaliação sistemática das soluções adulteradas, conduzida em quintuplicata analítica para cada nível de

concentração, revelou que o fenômeno de miscibilização não obedece a uma função linear simples em relação à fração molar de metanol, mas sim a um comportamento de limiar crítico sujeito a variações estocásticas na faixa de transição. A análise da frequência de respostas positivas (fase única) e negativas (bifásica) permitiu o delineamento de três zonas de comportamento distintas:

(i) Zona de Estabilidade Bifásica ($\leq 1\%$ v/v): Nas concentrações iguais ou inferiores a 1% de metanol, a totalidade das réplicas ($n = 5$) apresentou, invariavelmente, a formação de duas fases nítidas. A robustez desse resultado confirma que contaminações traço ou residuais não são suficientes para romper a força iônica imposta pela matriz alcalina, assegurando a ausência de falsos-positivos decorrentes de constituintes minoritários.

(ii) Zona de Incerteza ou Transição (1,5% a 4% v/v): Neste intervalo, verificou-se um comportamento de intermitência fenomenológica. Observou-se que a reprodutibilidade dos resultados oscilou entre as réplicas de uma mesma concentração, indicando que o sistema se encontra em um estado de metaestabilidade termodinâmica. Nesta faixa, pequenas perturbações nas variáveis experimentais (como a vigorosidade da agitação ou a taxa de dissipação térmica) foram suficientes para conduzir o sistema ora à separação, ora à homogeneização. Consequentemente, esta faixa foi definida estatisticamente como a margem de incerteza do método.

(iii) Zona de Determinação Positiva ($\geq 5\%$ v/v): Para concentrações iguais ou superiores a 5%, obteve-se concordância absoluta entre todas as quintuplicatas, com 100% das amostras exibindo fase única alaranjada homogênea. A reprodutibilidade integral neste patamar atesta que, acima desse limiar, a presença do metanol exerce predominância sobre o efeito de salting-out, garantindo a eficácia do método para a detecção de adulterações em níveis toxicologicamente críticos.

Tais variações indicam que, próximo ao limiar crítico de miscibilidade, o sistema sofre influência sensível de pequenas flutuações experimentais (agitação, taxa de dissolução local do NaOH, viscosidade e composição exata da bebida-base), que modulam de modo sutil as forças intermoleculares responsáveis pelo equilíbrio líquido-líquido (Prausnitz et al., 1999).

Esse intervalo de instabilidade reflete a natureza liminar da transição entre o regime bifásico e o regime monofásico e constitui, portanto, a faixa operacional na qual o método apresenta maior incerteza qualitativa.

3.4 Síntese dos achados

O método se mostrou altamente reprodutível para amostras claramente negativas ou claramente positivas e todas as bebidas comerciais testadas demonstraram ausência de metanol dentro da sensibilidade do método.

O limiar empírico para miscibilização total situa-se, de modo aproximado, entre 1,5% e 4% v/v de metanol. A faixa supracitada representa uma zona de transição, na qual pequenas alterações nas interações intermoleculares podem alterar o resultado visual. Ao passo que, concentrações superiores a 5% mostraram comportamento positivo inequívoco.

4. Discussão

Os resultados obtidos neste estudo corroboram a premissa teórica de que a presença de metanol, quando acima de determinado limiar, altera de modo significativo o equilíbrio de miscibilidade no sistema fortemente alcalinizado, impedindo a formação do regime bifásico característico de soluções etanólicas puras. A zona de transição observada entre 1,5% e 4% v/v de metanol revela-se compatível com a natureza termodinâmica do fenômeno: em concentrações limítrofes, pequenas oscilações experimentais interferem no balanço de interações intermoleculares, podendo ora favorecer a segregação líquido-líquido, ora induzir à homogeneização do meio.

Sob a perspectiva físico-química, essa instabilidade é previsível. A dissolução parcial do hidróxido de sódio impõe ao sistema um ambiente de força iônica extrema, no qual a atividade da água é significativamente reduzida e o etanol perde afinidade pela fase aquosa devido ao efeito “basing-out” (Majors, 2009; Tang & Weng, 2013; Vizcaino et al., 2018). Nesse regime, formam-se duas fases nitidamente segregadas: uma superior, majoritariamente etanólica, e outra inferior, aquosa e enriquecida em NaOH (Fakhari et al., 2025). O metanol, por sua vez, apresenta maior polaridade e menor volume molar, interagindo de forma mais eficiente com a matriz iônica e atuando como agente de ponte capaz de mitigar o basing-out. Quando presente acima do limiar crítico, promove a miscibilização das fases, resultando em um único sistema homogêneo. A transição não é linear, pois depende de fenômenos locais de solvatação, microestruturas transitórias durante a dissolução do hidróxido e heterogeneidades inerentes à agitação, o que pode explicar a zona empírica de instabilidade entre 1,5% e 4% v/v (Zarei et al., 2007).

A interpretação visual do sistema é facilitada pelo uso de corante alimentício aniônico (tartrazina e azul brilhante FCF), cuja resposta cromática é sensível ao pH e ao microambiente iônico (Sajin et al., 2020). Em soluções isentas de metanol, o contraste cromático entre a fase superior avermelhada e a inferior amarela reforça a identificação do regime bifásico; em sistemas miscibilizados pelo metanol, observa-se coloração alaranjada uniforme. Importa ressaltar, contudo, que a discriminação estrutural permanece perceptível mesmo sem o corante, que cumpre papel meramente auxiliar.

Do ponto de vista analítico, o limiar crítico observado não constitui limitação prática relevante. Em contextos forense e epidemiológico, bebidas clandestinas adulteradas com metanol frequentemente apresentam concentrações entre 10% e 50% v/v, valores amplamente superiores à faixa limítrofe deste método (OPAS/OMS, 2025; Ndikumana et al., 2024). Em surtos recentes registrados no Brasil, amostras apreendidas revelaram entre 10% e 45% de metanol, proporções inequivocamente compatíveis com toxicidade grave e múltiplos óbitos (G1, 2025; Estadão, 2025). Assim, embora a faixa de transição entre 1,5% e 4% possa gerar comportamentos intermediários em laboratório, ela não compromete a relevância operacional do método para identificação de adulterações reais e perigosas.

A comparação com limites toxicológicos reforça tal compatibilidade. Diversas fontes clínicas indicam que a ingestão de cerca de 8 a 10 g de metanol puro, equivalentes a aproximadamente 10 mL, pode induzir acidose metabólica severa e distúrbios visuais mesmo em indivíduos hígidos (Paine & Davan, 2001; Barceloux, 2023). Considerando-se esse parâmetro, uma bebida contaminada com 5% de metanol conteria, em 200 mL, cerca de 10 mL desse álcool, quantidade potencialmente capaz de produzir efeitos adversos descritos em episódio único de ingestão. Nos surtos recentes, níveis ainda maiores foram observados, reforçando que adulterações de interesse epidemiológico e criminal estão, via de regra, acima do limiar de detecção do método.

No que tange à influência de variáveis ambientais, cumpre ressaltar a robustez térmica do método frente a oscilações da temperatura externa. A dissolução do hidróxido de sódio em meio hidroalcoólico caracteriza-se por uma entalpia de solvatação fortemente negativa ($\Delta H_{\text{solvatação}} < 0$), desencadeando uma liberação abrupta de energia térmica que eleva a temperatura do sistema reacional, in situ, a patamares estimados entre 60° C e 80° C nos primeiros instantes da análise. Esse fenômeno de autotermalização exotérmica atua como um mecanismo de normalização das condições experimentais: a magnitude da variação de temperatura interna ($\Delta T_{\text{reação}}$) prepondera significativamente sobre o gradiente térmico imposto pelo ambiente ($\Delta T_{\text{ambiente}}$), minimizando a influência de variações sazonais (seja em regimes de inverno ou verão) sobre a cinética de separação de fases. Ademais, a estabilidade do regime bifásico observado não demonstrou dependência crítica da temperatura no curto prazo. Uma vez estabelecido o equilíbrio de fases (equilíbrio líquido-líquido) sob alta força iônica, a barreira energética para a remiscibilização permanece intransponível durante o resfriamento natural da amostra, garantindo que a leitura visual, recomendada para execução imediata, permaneça fidedigna mesmo após o decaimento térmico do sistema.

Em termos de aplicabilidade prática, a possibilidade de distinguir, *in loco*, bebidas perigosamente adulteradas de bebidas isentas sem instrumentação e sem dependência de insumos especializados e de alto custo confere ao método valor estratégico em operações de fiscalização, inspeções sanitárias, atendimentos emergenciais e perícias em locais de fabricação clandestina. O método não se propõe a substituir a cromatografia gasosa, técnica confirmatória por excelência, mas sim a orientar de modo imediato a seleção de amostras suspeitas, reduzindo o escopo amostral e otimizando os recursos laboratoriais.

A reprodutibilidade observada nas bebidas comerciais testadas demonstra a estabilidade estrutural do regime bifásico na ausência de metanol. Ademais, não foram verificados falsos-positivos, indicando que a presença de corantes, compostos congêneres ou características próprias da matriz etanólica comercial não interferem na manifestação do fenômeno. Certas limitações operacionais, contudo, são intrínsecas ao método consoante discutido em seção anterior deste artigo.

Importa salientar, para fins de delimitação conceitual e rigor metodológico, que o presente estudo se distingue de abordagens colorimétricas recentemente descritas na literatura, as quais se fundamentam na modulação do comportamento óptico de corantes orgânicos em presença de álcoois de cadeia curta. No trabalho de Sukma et al. (2024), por exemplo, a discriminação entre metanol, etanol e isopropanol decorre primordialmente de fenômenos de solvatocromismo e degradação alcalina do corante, resultando em respostas cromáticas homogêneas em sistema monofásico. Tal metodologia, conquanto útil para o controle de qualidade de produtos antissépticos especificamente, não promove ruptura da miscibilidade água-etanol nem depende da formação de fases líquidas distintas para a observação do resultado. O método aqui proposto, por sua vez, apoia-se em princípio físico-químico diverso: a indução de separação bifásica em meio fortemente alcalino e a subsequente miscibilização promovida pelo metanol acima de um limiar crítico. Ademais, enquanto Sukma et al. reportam limites de detecção significativamente elevados, inadequados para identificar fraudes reais em bebidas, a presente abordagem demonstra sensibilidade compatível com as concentrações usualmente observadas em amostras adulteradas apreendidas em contextos forenses e episódios de intoxicação. Tais diferenças demarcam de modo inequívoco a originalidade, a aplicabilidade e a pertinência forense do método ora apresentado.

Neste cenário de inovações analíticas, cumpre ainda tecer considerações acerca de kits comerciais recentemente disponibilizados no mercado nacional para a detecção de metanol em bebidas alcoólicas, os quais, conquanto representem iniciativas meritórias de democratização do acesso a ferramentas de triagem, revelam limitações substantivas quando confrontados com as demandas operacionais de contextos periciais e sanitários. Conforme amplamente divulgado em veículos de comunicação especializados (Superinteressante, 2025a; Superinteressante, 2025b), tais dispositivos apoiam-se em protocolos de elevada complexidade procedural, frequentemente organizados sob a forma de um decálogo de etapas sequenciais que envolvem a manipulação sucessiva de seis reagentes distintos, incluindo agentes oxidantes, estabilizantes, soluções clarificantes e complexantes colorimétricos. Essa arquitetura metodológica fragmentada impõe um ônus logístico severo, não apenas pela necessidade de tempos reacionais específicos e adições graduais de insumos químicos, mas também pelo aumento inerente da probabilidade de erro humano, circunstância incompatível com operações de fiscalização que requerem celeridade, padronização e capacidade de processamento de grandes lotes de amostras apreendidas. Ademais, a própria natureza química dos reagentes empregados restringe a aplicabilidade desses kits a um espectro exíguo de matrizes alcoólicas, tipicamente limitado a quatro categorias de destilados translúcidos, quais sejam: vodka, gin, cachaça e whisky, sem demonstrar robustez frente a bebidas envelhecidas ou pigmentadas, nas quais constituintes diversos podem interferir no desenvolvimento cromático final. Em contrapartida, o método de separação alcalina cromática aqui proposto, ao prescindir de múltiplas etapas reativas e operar sob um princípio físico-químico uniprotocolar de miscibilidade, supera de modo inequívoco tais limitações, oferecendo resposta binária imediata, insumos de baixíssimo custo e ampla universalidade entre destilados,

atributos indispensáveis à dinâmica real da fiscalização forense, das inspeções sanitárias e das ações emergenciais de vigilância epidemiológica.

Cumpra igualmente distinguir o método ora proposto das abordagens colorimétricas reativas baseadas no uso de ácido cromotrópico, recentemente avaliadas como alternativas simplificadas para triagem de metanol em bebidas alcoólicas. No estudo de Rafizadeh et al. (2022), kits analíticos (qualitativos e quantitativos) fundamentados na oxidação do metanol a formaldeído e subsequente reação com ácido cromotrópico demonstraram elevada sensibilidade e desempenho comparável ao da cromatografia gasosa. Apesar disso, trata-se de metodologia essencialmente química, dependente de múltiplas etapas reacionais, da estabilidade do reagente cromogênico, da interpretação gradativa de intensidades de cor e de certa experiência técnica, o que a afasta conceitualmente do princípio físico-químico mobilizado no presente estudo. Cabe ainda notar que o ácido cromotrópico, reagente central desses ensaios, possui custo elevado, disponibilidade restrita e, em alguns contextos, entraves logísticos de aquisição, fatores que limitam sua adoção em fiscalizações de campo ou em operações conduzidas por órgãos públicos. Em contraste, o método aqui apresentado opera com insumos de baixíssimo custo, universalmente acessíveis e de fácil manuseio, produzindo uma resposta binária imediata e independente de reagentes especializados. Assim, embora ambos se orientem para a mitigação de riscos associados à exposição humana ao metanol, a estratégia aqui delineada apresenta maior aderência às demandas operacionais de fiscalização e perícia, notadamente por sua simplicidade, rapidez, baixo custo e compatibilidade com as condições reais observadas em ambientes clandestinos.

Em síntese, o método apresenta-se como ferramenta simples, robusta e socialmente relevante, cuja sensibilidade é plenamente compatível com os níveis de adulteração encontrados em casos forenses reais e com as concentrações capazes de produzir toxicidade humana significativa. Sua adoção como teste qualitativo preliminar pode contribuir de modo decisivo para estratégias de prevenção, vigilância sanitária, investigação criminal e proteção da saúde coletiva, inserindo-se como solução prática, econômica e alinhada às necessidades reais de enfrentamento das fraudes alcoólicas.

5. Conclusão

O presente estudo demonstrou que o método qualitativo de separação alcalina cromática para rastreamento de metanol em bebidas alcoólicas destiladas constitui abordagem simples, economicamente acessível e dotada de notável utilidade prática nos âmbitos forense, sanitário e comunitário. A elevada alcalinidade do meio, aliada às propriedades de solvatação dos álcoois de cadeia curta, permite distinguir de forma imediata a arquitetura físico-química de soluções isentas de metanol, caracterizadas pelo regime bifásico, daquelas adulteradas acima de um limiar crítico, nas quais a miscibilização total se traduz em fase única homogênea.

As análises conduzidas evidenciaram que todas as bebidas comerciais avaliadas se encontravam isentas de metanol dentro da sensibilidade do método, ao passo que as soluções adulteradas artificialmente exibiram comportamento altamente reprodutível para concentrações iguais ou superiores a 5% v/v. Ainda que o intervalo entre 1,5% e 4% revele zona de transição e instabilidade, este aspecto não compromete a aplicabilidade prática do teste, tendo em vista que bebidas associadas a surtos de intoxicação apresentam, em regra, concentrações significativamente mais elevadas, frequentemente superiores a 10% e, em muitos casos, excedendo 40% de metanol.

Do ponto de vista toxicológico, o limiar detectável pelo método mostra-se compatível com a proteção do consumidor, posto que concentrações inferiores a esse intervalo exigiriam ingestão de volumes consideravelmente altos para produzir efeitos clínicos relevantes, ao passo que adulterações reais, capazes de induzir acidose metabólica e óbito, são prontamente identificadas pela técnica aqui descrita.

Destarte, o método revela-se instrumento promissor para triagem preliminar, particularmente útil em cenários de fiscalização em campo, operações policiais, inspeções sanitárias e ações educativas voltadas à prevenção de intoxicações. Embora não substitua técnicas instrumentais confirmatórias, oferece subsídio ágil e confiável para orientar decisões imediatas e racionalizar o envio de amostras ao laboratório.

Em síntese, o método aqui apresentado harmoniza simplicidade operacional, fundamentação físico-química consistente e relevância social inequívoca, podendo se constituir como ferramenta valiosa para ampliar a segurança no consumo e fortalecer a capacidade investigativa frente às recorrentes fraudes envolvendo bebidas alcoólicas adulteradas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a todos os pesquisadores do Núcleo de Pesquisas em Ciências Forenses (NUPECIFOR) pelo apoio.

Referências

- Barceloux, D. G. (2023). Methanol. In L. R. Goldfrank, N. E. Flomenbaum, N. A. Lewin, M. A. Howland, R. S. Hoffman, & L. S. Nelson (Eds.), *Goldfrank's toxicologic emergencies* (11th ed.). McGraw-Hill Education.
- Barceloux, D. G., Bond, G. R., Krenzelok, E. P., Cooper, H., & Vale, J. A. (2002). American Academy of Clinical Toxicology practice guidelines on the treatment of methanol poisoning. *Journal of Toxicology: Clinical Toxicology*, 40(4), 415–446.
- Brasil. Ministério da Saúde. (2025b). Nota Técnica Conjunta nº 360/2025-DVSAT/SVSA/MS: Orientações para atendimento e notificação de casos de intoxicação por metanol após consumo de bebida alcoólica (Revogada). Ministério da Saúde. <https://www.gov.br/saude/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/notas-tecnicas/2025/nota-tecnica-conjunta-no-360-2025-dvsat-svsa-ms.pdf>
- Brasil. Ministério da Saúde/Secom. (2025a, 8 de dezembro). Com a redução de novos casos, Governo do Brasil encerra Sala de Situação sobre intoxicação por metanol. <https://www.gov.br/saude/pt-br/assuntos/noticias/2025/dezembro/com-a-reducao-de-novos-casos-governo-do-brasil-encerra-sala-de-situacao-sobre-intoxicacao-por-metanol>
- Bryan, M. A., & Hill, A. E. (2024). Worldwide illicit and counterfeit alcoholic spirits: problem, detection, and prevention. *Journal of the American Society of Brewing Chemists*, 82(3), 187–203.
- Estadão. (2025). Quantidade de metanol encontrado em cada garrafa de bebida é absurda, diz Polícia Científica de SP. <https://www.estadao.com.br/sao-paulo/quantidade-de-metanol-encontrado-em-cada-garrafa-de-bebida-e-absurda-diz-policia-cientifica-de-sp-npr>
- Exame. (2025, 3 de dezembro). Outro surto no passado: 35 pessoas morreram na Bahia por bebida adulterada por metanol em 1999. Exame. <https://exame.com/brasil/outro-surto-no-passado-35-pessoas-morreram-na-bahia-por-bebida-adulterada-por-metanol-em-1999/>
- Fakhari, M., Momeni, Z., & Zare, A. (2025). Liquid–liquid equilibria of an affinity aqueous two-phase system containing polyethylene glycol and sodium sulfate salt at various ligand concentrations and pH: experimental determination, correlation, and thermodynamic modeling. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 70(2), 1051–1062.
- Flott, J. F., & Caplan, Y. H. (2014). Alcohols. In B. Levine (Ed.), *Principles of forensic toxicology* (4th ed., pp. 287–316). AACC Press.
- G1. (2025, 12 de outubro). Exclusivo: Inquérito revela o caminho de bebidas contaminadas com álcool de posto de combustível. <https://g1.globo.com/fantastico/noticia/2025/10/12/exclusivo-inquerito-revela-o-caminho-de-bebidas-contaminadas-com-alcool-de-posto-de-combustivel.ghtml>
- Majors, R. E. (2009). Salting-out liquid-liquid extraction (SALLE). *LCGC North America*, 27(7), 526–533.
- Ndikumana, E., Niyonizera, E., Kabera, J. N., & Pandey, A. (2024). Analysis of methanol and ethanol content in illegal alcoholic beverages using headspace gas chromatography: case studies at Rwanda Forensic Institute. *Brazilian Journal of Analytical Chemistry*, 11(45), 18–33.
- Nekoukar, Z., Zakariaei, Z., Taghizadeh, F., Musavi, F., Banimostafavi, E. S., Sharifpour, A., Ghuchi, N. E., Fakhari, M., Tabaripour, R., & Safanavaei, S. (2021). Methanol poisoning as a new world challenge: A review. *Annals of Medicine and Surgery*, 66, Article 102445.
- OECD. (2022). *Illicit trade in high-risk sectors: Implications of illicit alcohol for public health and criminal networks*. OECD Publishing.
- Organização Pan-Americana da Saúde & Organização Mundial da Saúde. (2025, 7 de outubro). Alerta epidemiológico: Risco de intoxicação por metanol. OPAS/OMS. <https://www.paho.org/sites/default/files/2025-10/2025-out-07-phe-alerta-intoxicacao-metanol-pt-final.pdf>
- Paine, A., & Davan, A. D. (2001). Defining a tolerable concentration of methanol in alcoholic drinks. *Human & Experimental Toxicology*, 20(10), 563–568.

- Pereira, A. S., Shitsuka, D. M., Parreira, F. J., & Shitsuka, R. (2018). Metodologia da pesquisa científica. UAB/NTE/UFSM. <https://repositorio.ufsm.br/handle/1/15824>
- Prausnitz, J. M., Lichtenthaler, R. N., & de Azevedo, E. G. (1999). Molecular thermodynamics of fluid-phase equilibria (3rd ed.). Prentice Hall PTR.
- Rafizadeh, A., Bhalla, A., Sharma, N., Kumar, K., Zamani, N., McDonald, R., Roberts, D. M., & Hassanian-Moghaddam, H. (2022). Evaluating new simplified assays for harm reduction from methanol poisoning using chromotropic acid kits: An analytical study on Indian and Iranian alcoholic beverages. *Frontiers in Public Health*, 10, 983663.
- Sajin, K. A., Anoobkumar, K. I., & Rasa, O. K. (2020). pH Indicators: A Valuable Gift for Analytical Chemistry. *Saudi Journal of Medical and Pharmaceutical Sciences*, 6(5), 393–400.
- Sukma, D. A., Prasetya, N. B. A., Rahmawati, S. D., Fadillah, M. F., Fachruddin, M. F., & Yuwono, S. S. (2024). A simple and rapid colorimetric detection of methanol, ethanol, and isopropanol and its application toward alcohol-based hand sanitizer quality control. *Journal of Applied Chemistry and Natural Resources*, 6(1), 1–13.
- Superinteressante. (2025a, 4 de outubro). Como funciona um teste de detecção de metanol na bebida alcoólica. <https://super.abril.com.br/ciencia/como-funciona-um-teste-de-deteccao-de-metanol-na-bebida-alcoolica/>
- Superinteressante. (2025b, 8 de novembro). Primeiro kit para detecção de metanol é comercializado: conheça. <https://super.abril.com.br/saude/primeiro-kit-para-deteccao-de-metanol-e-comercializado-conheca/>
- Tang, Y. Q., & Weng, N. (2013). Salting-out assisted liquid-liquid extraction for bioanalysis. *Bioanalysis*, 5(12), 1583–1598.
- UpToDate. (2024). Methanol and ethylene glycol poisoning: management. Recuperado em 09 de dezembro de 2025, de <https://www.uptodate.com/contents/methanol-and-ethylene-glycol-poisoning-management>
- Vizcaíno, J. A., Martín-Marín, F., & Sáenz-López, E. (2018). Use of salting-out assisted liquid-liquid extraction (SALLE) for the determination of volatile organic compounds in alcoholic beverages. *Food Chemistry*, 239, 511–518.
- Zarei, H. A., Jalili, F., & Assadi, S. (2007). Temperature dependence of the volumetric properties of binary and ternary mixtures of water (1) + methanol (2) + ethanol (3) at ambient pressure (81.5 kPa). *Journal of Chemical & Engineering Data*, 52(6), 2517–2526.