

Desenvolvimento de método analítico para determinação de sulfito livre em bebidas

Karen Cristina Almeida Francisco¹(IC), Juliano Passaretti Filho¹(PG), Arnaldo Alves Cardoso¹(PQ)
¹Universidade Estadual Paulista

Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Departamento de Química Analítica, 14801-970 Araraquara - SP

karencfrancisco@hotmail.com

Palavras Chave: Vinho, Cerveja, SO₂ livre, Microextração gasosa

Introdução

O sulfito é um conservante utilizado há muito tempo em diversos alimentos e bebidas. Este conservante é usado em vinhos por prevenir a oxidação da bebida evitando variações nas suas propriedades organolépticas. A determinação de sulfito está relacionada ao teor de enxofre (IV) que pode ser expresso em quantidade livre ou total. Na legislação brasileira a quantidade máxima de SO₂ total permitida por lei¹ é de 350,00 mg.L⁻¹. O método mais utilizado nas vinícolas para determinar sulfito é o método Ripper, baseado na reação de oxidação do iodeto e formação de iodo com posterior titulação com solução padrão de tiosulfato. Porém o método é pouco preciso e apresenta baixa exatidão². Neste trabalho foi utilizado um sistema de microextração líquido-gás-líquido, composto de uma câmara de amostra e câmara de coleta, separadas por membrana de Teflon. Na câmara de amostra foi colocada uma alíquota de 2,00 mL da bebida contendo o analito. Na sequência foi adicionado 1,00 mL de ácido fosfórico (98%) para formar e emitir o SO₂ contido na amostra na forma de S +IV. O gás permeou pela membrana e foi recolhido por 3,00 mL de solução de H₂O₂ (2,68 µmol.L⁻¹) para que fosse oxidado a sulfato. Uma alíquota de 20,00 µL da solução foi utilizada para determinação do sulfato formado utilizando a reação entre o ânion e solução de cloraniliato de bário (BaCLA). O produto da reação foi medido pela absorbância na região do UV. Os resultados posteriormente foram comparados com o método Ripper.

Resultados e Discussão

Inicialmente estudou-se a etapa da microextração. Foram preparadas soluções de sulfito, amostras de vinho diluído em água (1:5) e cerveja. Alíquotas destas amostras foram utilizadas no microextrator conforme descrito acima. Esta etapa tem como objetivo mudar o SO₂ presente na bebida para uma matriz mais límpida (solução de H₂O₂). A absorbância da solução após reação com (BaCLA) foi medida em 331 nm. A equação da curva analítica foi obtida utilizando soluções padrões de sulfito e as concentrações relativas ao sinal observado e

demais figuras de mérito analítico estão dispostas na Tabela 1. O procedimento foi realizado em triplicata para a curva e quintuplicata para as amostras analisadas. As amostras de vinho e cerveja foram submetidas aos ensaios para a determinação de sulfito livre e os resultados foram comparados com o método Ripper. As amostras de vinho tinto A e B foram escolhidas por apresentarem diferentes teores de sulfito livre e a cerveja escolhida por apresentar teores menores de sulfito em bebidas e grande quantidade de gás carbônico.

Tabela 1. Figuras de mérito analítico do método proposto.

Parâmetros	Valores obtidos
Faixa linear	15,0 – 60,0 mg.L ⁻¹
Curva analítica	$A = 0,0082(\pm 0,0005)[SO_2 \text{ mg.L}^{-1}] - 0,0515(\pm 0,0193)$
Erro relativo (%)	7,50
C.V. (%)	6,00
Limite de detecção	6,3 mg.L ⁻¹
R ²	0,9859

A tabela 2 apresenta os valores de sulfito encontrados pelo método proposto e a comparação com os valores obtidos na titulação pelo método Ripper.

Tabela 2. Teores de sulfito livre encontrados nas bebidas analisadas.

Amostra	Método proposto (mg.L ⁻¹)	Titulação (Ripper) (mg.L ⁻¹)	Erro relativo (%)	CV (%)
Vinho tinto (A)	54,1 ± 1,1	57,5 ± 2,9	5,9	2,1
Vinho tinto (B)	112,5 ± 10,5	125,0 ± 5,0	9,9	8,3
Cerveja	33,2 ± 1,9	29,2 ± 3,6	13,7	5,6

Conclusões

O método mostrou-se de fácil aplicação e mais conveniente para determinação do sulfito. Outros ensaios devem ser realizados para validar e aplicar o método em outras matrizes que contenham sulfito.

Agradecimentos

Ao CNPQ e a FAPESP pelo apoio financeiro.

¹ Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Portaria 229 de 31 de outubro de 1988.

² Vahl, J. M., Converse J.E. *J. Assoc. of Anal. Chem.* **1980**, 63(2)194-9.

³ Gonçalves L. M. et al *J. Chromatogr. A* **2010**, 1217(24), p. 3717-22.