

Extração com microgota para determinação de tricloroanisol e tribromoanisol em amostras de vinho branco e tinto por cromatografia gasosa.

Edmar Martendal* (PG), Dilma Budziak (PG), Eduardo Carasek (PQ)

*e-mail: edmarmartendal@hotmail.com

Departamento de Química – Universidade Federal de Santa Catarina, 99040-900, Florianópolis, SC.

Palavras Chave: planejamento fatorial, Box-Behnken, TCA, TBA, vinho.

Introdução

Um dos problemas mais críticos apresentados na indústria enológica é o odor desagradável de mofo causado pela rolha deteriorada que afeta entre 0,1 e 10 % dos vinhos engarrafados europeus. Os principais compostos responsáveis por este odor desagradável são os haloanisóis¹. Acredita-se que a maior fonte de contaminação de vinhos por halocompostos se deve à migração dos mesmos a partir de rolhas contaminadas².

A extração com microgota, SDME (do inglês *Single-Drop Microextraction*), baseia-se nos mesmos princípios da extração líquido-líquido. A SDME, contudo, supera inconvenientes da extração líquido-líquido convencional, pois emprega mínimas quantidades de solvente (μL), a extração e a pré-concentração dos analitos ocorrem em uma única etapa, o qual diminui a manipulação da amostra e o tempo de análise.

Neste trabalho, a extração com microgota é empregada pela primeira vez na determinação de 2,4,6 tricloroanisol e 2,4,6 tribromoanisol em amostras de vinho tinto e branco. Os parâmetros que afetam a eficiência de extração foram otimizados através de planejamento fatorial fracionário e posteriormente pelo planejamento Box-Behnken.

Resultados e Discussão

As análises cromatográficas foram realizadas em um cromatógrafo gasoso equipado com detector por captura de elétrons (ECD). O volume utilizado de solvente extrator foi de 2 μL , sendo a extração realizada a partir do headspace da amostra. A Figura 1 ilustra a seqüência de extração e pré-concentração usando SDME.

Inicialmente, um planejamento fatorial fracionário, em dois níveis com a inclusão de um ponto central, foi utilizado para verificação preliminar dos efeitos principais e de interação das variáveis sobre a resposta analítica. Neste estudo as seguintes variáveis foram avaliadas: concentração de cloreto de sódio, temperatura e tempo de extração, pH e tipo de matriz (sintética e uma amostra de vinho tinto seco). De acordo com os dados obtidos, a concentração de

NaCl, tempo e temperatura de extração foram significantes e foram, então, simultaneamente otimizados através do planejamento Box-Behnken.

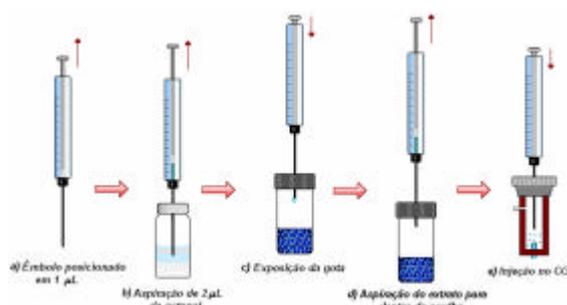


Figura 1. Extração e pré-concentração usando SDME.

As condições ótimas obtidas foram: 25 minutos de extração a 48°C, 20 mL de amostra em frasco de 40 mL ajustado a pH 5,5 e contendo 2,5 mol L⁻¹ de NaCl.

Em duas, das nove amostras analisadas, os analitos foram detectados (concentração entre LD e LQ). Para verificar a exatidão da metodologia, um teste de recuperação foi realizado resultando em recuperações de 63 e 69% respectivamente para TCA e TBA em vinho tinto. Um estudo de diluição foi realizado e satisfatórias recuperações, entre 80 e 120%, foram obtidas para a diluição de 30% da amostra. Para as amostras de vinho branco nenhuma diluição foi necessária. Excelentes limites de detecção de 8,1 e 6,1 ng L⁻¹, respectivamente para TCA e TBA, foram obtidos. Precisão satisfatória (RSD<16,7%, n=5) foi obtida a um nível de concentração de 40 ng L⁻¹.

Conclusões

A metodologia de otimização empregada se mostrou eficiente e economicamente viável. A SDME foi sensível para a determinação dos analitos em vinho em níveis de ng L⁻¹, rápida e simples.

Agradecimentos

Ao CNPq e UFSC.

¹ Pizarro, C.; Gonzalez-Saiz, J. M. e Perez-del-Notario, N. *J. Chromatogr. A*, **2006**, *1132*, 8.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Gomez-Ariza, J. L.; Garcia-Barrera, T.; Lorenzo, F. e Gonzalez, A. G. *Anal. Chim. Acta*, **2005**, *540*, 17.