

Determinação direta de Cd em amostras de vinho por GF AAS empregando otimização multivariada.

Robson M. de Jesus¹ (PG), Sérgio L. C. Ferreira¹ (PQ)*, Geraldo D. Matos¹ (PG), Jailson B. de Andrade¹ (PQ), Walter N. L. dos Santos² (PQ), Dannuza D. Cavalcante² (PG). slcf@ufba.br

1- Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, CEP-40170-270 Salvador-BA, Brasil.

2- Universidade do Estado da Bahia, CEP- 91501-970, Salvador-BA, Brasil.

Palavras Chave: cádmio, vinho, GF AAS, planejamento fatorial.

Introdução

O Vinho é uma bebida bastante consumida e que apresenta alto valor comercial e uma grande importância econômica. A determinação de metais em amostras de vinho é de grande importância devido à toxicidade (dependendo da concentração) e a biodisponibilidade dos mesmos. A determinação direta de cádmio (Cd) em amostras de vinho é de suma importância devido a sua toxicidade, em casos de excessiva ingestão.¹ A espectrometria de absorção atômica por forno de grafite (GF AAS) é uma técnica adequada e amplamente usada para a determinação de elementos traço, devido à sua simplicidade, seletividade, alta sensibilidade e tolerância a matrizes complexas.

O presente trabalho descreve a otimização e validação do método para a determinação direta de cádmio (Cd) em amostras de vinho envolvendo a espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS). A otimização foi estabelecida empregando planejamento fatorial completo 2⁴ em dois níveis, envolvendo os seguintes fatores: tempo e temperatura de pirólise, temperatura de atomização e massa do modificador.

Resultados e Discussão

As condições experimentais da otimização multivariada, segundo o diagrama de Pareto (Figura 1), indicaram que as melhores respostas, em termos de absorvância integrada, foram obtidas quando são utilizadas as variáveis tempo de pirólise (10 s), temperatura de pirólise (Tp = 600 °C) e temperatura de atomização (Ta = 1300 °C) e massa do modificador Pd (15 µg).

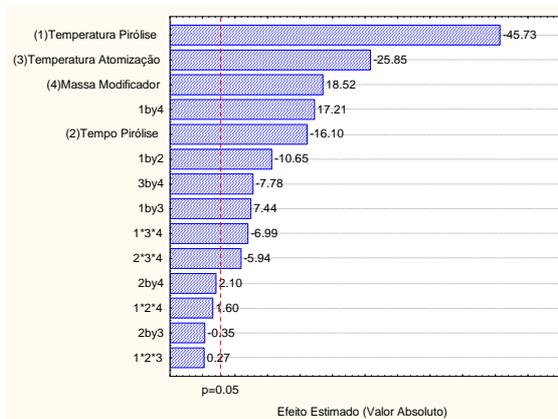


Figura 1: Diagrama de Pareto para o planejamento fatorial 2⁴.

Para a determinação de Cd nas amostras foi utilizada curva de adição padrão, cuja equação obtida foi $A = 0,1212 + 0,0567x$; $R = 0,9991$. A massa característica obtida foi de 0,70 µg; o limite de detecção (n=10) foi de 0,03 µg L⁻¹; o limite de quantificação (n=10) foi de 0,10 µg L⁻¹, precisão (n = 3) abaixo de 0,49 %.

Seis amostras de vinho foram analisadas usando o método de análise direta e, devido à falta de material certificado de referência, os resultados foram comparados com aqueles obtidos por digestão ácida com dedo frio, através do teste-t pareado, demonstrando concordantes para um nível de confiança de 95%.

Tabela 1: Determinação de Cd (µg L⁻¹) em amostras de vinho utilizando 15 µg de Pd como modificador químico. Tp = 600 °C, Ta = 1300 °C.

Amostra	Direta	Digestão
Cabernet Sauvignon	1.286 ± 0.001	1.428 ± 0.008
Chardonnay	0.615 ± 0.003	0.681 ± 0.001
Tannat	0.706 ± 0.003	0.713 ± 0.006
Sauvignon Blanc and Chardonnay	0.766 ± 0.001	0.759 ± 0.001
Merlot	0.598 ± 0.002	0.563 ± 0.008
Cabernet Franc	1,789 ± 0.005	1,852 ± 0.003

Conclusões

A otimização envolvendo planejamento fatorial é importante, pois, apresenta uma diminuição efetiva no número de experimentos, conseqüentemente, redução do tempo de análise. A determinação direta é bastante apropriada para análise de rotina, sendo simples, rápido e apresenta menor risco de contaminação.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, UFBA

¹ Pohl, P. *Trends Anal. Chem.* 2007, 26, 941.