

## Otimização dos parâmetros operacionais de ICP OES usando metodologia de superfície de resposta e análise de metais em vinhos.

Felipe Dal Bem Mota (IC), Ângelo G. P. Rangel (PQ), Wolfgang E. Riegert (PQ), Rosângela C. Barthus(PQ)\*, rosangela.barthus@ufes.br.

Universidade Federal do Espírito Santo - Av. Fernando Ferrari, 514 – Goiabeiras – Vitória (ES)

Palavras Chave: vinho, ICP OES, metodologia de superfície de resposta, metais.

### Introdução

O Estado do Espírito Santo possui condições naturais propícias para produção de uva o que vem despertando interesse dos produtores de microrregiões com condições climáticas adequadas para expansão desta cultura. Em outro aspecto, a produção artesanal de vinhos é uma realidade e vem se expandindo marcadamente pelo desenvolvimento de atividades voltadas ao agro turismo no estado.

Dentre os constituintes do vinho, estão os minerais que refletem a sua origem e percurso particulares, contribuindo para as características gerais da bebida, como cor, gosto e aroma. Para a determinação de minerais, a técnica de ICP OES foi utilizada. Antes da análise, os parâmetros das condições de análise foram otimizadas usando metodologia de superfície de resposta. A otimização por metodologia de superfície de resposta é classificado como um método do tipo simultâneo, onde as variáveis de interesse que apresentam influências significativas na resposta são avaliadas ao mesmo tempo. Os resultados da análise dos metais serão de base para estudos posteriores visando certificação geográfica.

### Resultados e Discussão

Foram utilizadas amostras de vinhos provenientes de diferentes regiões do estado do Espírito Santo. Estas amostras foram submetidas à um tratamento prévio consistindo de digestão da amostra. Para isso utilizou-se 25,00 mL de amostra que foi aquecida em chapa a 80°C e posteriormente adicionou-se 15,00 mL de peróxido de hidrogênio e em seguida, após redução de volume, 1,00 mL de ácido nítrico. Transferiu-se a solução residual para um balão e o volume foi completado até 25,00 mL com solução de ácido nítrico.

As determinações dos analitos (metais) foram efetuados usando o equipamento ICP OES Optima 7000 DV( Perkin –Elmer) com sistema automático Dual Viewing (axial/radial) equipado com sistema otico Echelle e gerador de RF do estado sólido (40 MHz) do DQUI-UFES. As variáveis otimizadas foram : fluxo do gás de nebulização, potência e fluxo de introdução da amostra. O modelo foi obtido

usando o programa Matlab 7,8. Este modelo consiste na relação entre os fatores estudados e a melhor resposta (maior valor da razão obtida para a intensidade de linha atômica e iônica do Mg) usando a visão axial.

$$Y = 2,66 + 0,91x_1 + 0,56x_2 - 0,35x_3 + 1,86x_1^2 + 0,34x_2^2 - 1,86x_1x_2 + 0,26x_1x_3 - 0,39x_2x_3$$

O modelo foi avaliado pelo uso de ANOVA, considerando-se adequado. Os resultados finais indicam as melhores condições são: potência de 1350 W, fluxo do gás de nebulização 0,8 (L.min<sup>-1</sup>) e fluxo do gás da amostra 1,2 (L.min<sup>-1</sup>). O fluxo do gás do plasma foi mantido em 15 L.min<sup>-1</sup>.

A tabela 1 mostra os resultados para seis metais analisados, os metais Cd, Co, Cr, Mo, Pb, Sb, Se, Sn e V não foram detectados na faixa de concentração analisada ( ou acima de 0,1 mg.L<sup>-1</sup>).

Tabela1. Concentração de minerais em vinhos tintos do estado do Espírito Santo.

Elementos	Concentração (mg.L <sup>-1</sup> )
Ca	11,0 – 60,0
Mg	20,0 – 68,0
Na	9,0 – 61,0
K	97,0 – 380,0
Mn	0,14 - 0,42
Fe	0,19 - 0,47.

### Conclusões

A aplicação de planejamento fatorial e metodologia de superfície de resposta é um excelente método para avaliar as melhores condições de análise. A análise de metais mostra que existem variações nos teores de alguns minerais, em decorrência de diferentes condições de cultivo das uvas.

### Agradecimentos

LQA, LabPetro, Labeves.

MORENO, I. M. et al. *Microchemical Journal*, **88**, 56-61, 2007.  
BARROS NETO, B. et al ; Planejamento e Otimização de Experimentos; Editora da Unicamp: Campinas, 1996. 50 p.

