

# Determinação de Cu e Fe em Vinho Empregando Microextração Líquido-líquido Dispersiva e F AAS

Flávia M. Dalla Nora\* (PG), Tássia S. Seeger (PG), Emiliano Perez (IC), Morgana Doneda (IC), Bruna R. Nicoloso (IC), Juliano S. Barin (PQ), Paola A. Mello (PQ), Fábio A. Duarte (PQ)  
\*flavia1086@hotmail.com

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900 Santa Maria, RS, Brasil.

Palavras Chave: DLLME, vinho, F AAS, preparo de amostras.

## Introdução

O vinho é uma bebida mundialmente apreciada e amplamente consumida, necessitando de um rigoroso controle de qualidade. A presença de elementos como Cu e Fe pode provocar alterações nas propriedades organolépticas do vinho, além de serem prejudiciais à saúde, se ingeridos em excesso.<sup>1</sup> De acordo com o Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA), o limite máximo estabelecido para Cu e Fe em vinhos é de 1 e 15 mg L<sup>-1</sup>, respectivamente.<sup>2</sup> Dentre as técnicas utilizadas para a determinação de metais em vinho, podem ser citados a espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS), a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), entre outras.<sup>1</sup> No entanto, o uso destas técnicas requer uma etapa prévia de preparo e a microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) tem sido proposta para extração e pré-concentração de diversos analitos. Este método consiste na injeção de uma mistura de solventes com diferentes polaridades (sistema ternário). A DLLME tem como característica o uso de pequenos volumes de solvente e elevados fatores de pré-concentração. Cabe destacar que não há relatos na literatura sobre o emprego da DLLME para extração e posterior determinação de Cu e Fe em vinho. Neste trabalho é proposto um método empregando a DLLME para extração e pré-concentração de Cu e Fe em vinhos, seguido da determinação por F AAS.

## Resultados e Discussão

Para o método proposto foram otimizados alguns parâmetros como tipo e volume de solvente extrator e dispersor, concentração do complexante, pH, concentração de NaCl, número de etapas de lavagem e tempo de centrifugação. Na Tabela 1 são mostradas as condições otimizadas para a DLLME.

**Tabela 1.** Parâmetros otimizados para a DLLME.

Parâmetro	Cu	Fe
Volume de solvente extrator (1,2-diclorobenzeno, µL)	40	40
Volume de solvente dispersor (metanol, µL)	900	900
Concentração do complexante (%)	1,5	1,0
pH	4,5	3
Concentração de NaCl (%)	-	5
Número de lavagens	2	2
Tempo de centrifugação (min)	5	5

A determinação dos analitos foi feita por F AAS e a calibração do equipamento foi feita através de curva de adição de analito, na faixa entre 25 e 100 µg L<sup>-1</sup> para Cu e entre 20 e 80 µg L<sup>-1</sup> para Fe. Para avaliar a exatidão do método proposto, as amostras foram digeridas em sistema aberto (bloco digestor): 2 mL de amostra e aquecimento por 3 h a 80 °C; adição de 4 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado e aquecimento por 1 h a 80 °C e 1 h a 120 °C. A determinação de Cu e Fe nos digeridos foi feita por ICP OES (324,752 e 238,204 nm, respectivamente). Os resultados obtidos para o método proposto e o método comparativo estão mostrados na Tabela 2.

**Tabela 2.** Resultados para a determinação de Cu (µg L<sup>-1</sup>) e Fe (mg L<sup>-1</sup>) em vinho tinto e branco (n = 5).

Amostra	Cu		Fe	
	ICP OES	F AAS	ICP OES	F AAS
VT1	34,6 ± 5,3	38,1 ± 1,9	2,34 ± 0,03	2,48 ± 0,12
VT2	50,9 ± 7,7	49,4 ± 3,0	2,38 ± 0,05	2,52 ± 0,24
VT3	160 ± 9	178 ± 16	3,25 ± 0,04	3,26 ± 0,20
VT4	36,4 ± 4,2	37,9 ± 2,5	4,04 ± 0,09	3,74 ± 0,34
VT5	27,7 ± 4,4	25,9 ± 1,7	1,38 ± 0,05	1,38 ± 0,15
VB1	22,3 ± 4,2	21,9 ± 0,9	2,50 ± 0,12	2,64 ± 0,19
VB2	42,5 ± 6,2	41,9 ± 2,8	3,19 ± 0,12	2,86 ± 0,15
VB3	25,0 ± 3,7	22,8 ± 1,7	2,39 ± 0,16	2,97 ± 0,21

A concordância obtida entre os métodos de preparo de amostras foi de 91 a 110% para Cu e de 89 a 113% para Fe, com RSD inferior a 10%. Os limites de detecção (LOD) para o método proposto foram de 6,3 e 2,4 µg L<sup>-1</sup> para Cu e Fe, respectivamente, atendendo os limites estabelecidos pela legislação.

## Conclusões

O método empregando a DLLME mostrou ser adequado para a extração e pré-concentração de Cu e Fe em vinho. A concentração de Cu e Fe nas amostras variou entre 21 e 178 µg L<sup>-1</sup> para Cu e entre 1,3 e 3,8 mg L<sup>-1</sup> para Fe. O método proposto é muito simples, rápido, de baixo custo relativo, além de apresentar boa exatidão e precisão. Além disso, devido aos elevados fatores de pré-concentração, foi obtidos baixos LODs, atendendo os limites estabelecidos pela legislação.

## Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPERGS.

<sup>1</sup> Vystavna, Y.; Rushenko, L.; Diadin, D. Klymenko, O. Klymenko, M. *Food Chemistry* **2014**, 146, 339-344.

<sup>2</sup> MAPA. Portaria n° 259 de 31 de maio de 2010.