

Metodologia para análise de mosto e suco de uva

Luiz Antenor Rizzon
Editor Técnico



Embrapa

***Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Uva e Vinho
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento***

Metodologia para análise de mosto e suco de uva

Luiz Antenor Rizzon
Editor Técnico

***Embrapa Informação Tecnológica
Brasília, DF
2010***

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Informação Tecnológica

Parque Estação Biológica (PqEB)
Av. W3 Norte (final)
70770-901 Brasília, DF
Fone: (61) 3448-4236
Fax: (61) 3448-2494
vendas@sct.embrapa.br
www.embrapa.br/liv

Embrapa Uva e Vinho

Rua Livramento, 515
95700-000 Bento Gonçalves, RS
Caixa Postal 130
Fone: (54) 3455-8000
Fax: (54) 3451-2792
sac@cnpuv.embrapa.br
www.cnpuv.embrapa.br

Colaboradores da Embrapa Uva e Vinho: *Nilda Maria Gatto Zucco e Vânia Maria Ambrosi Sganzerla*

Coordenação editorial: *Fernando do Amaral Pereira, Mayara Rosa Carneiro e Lucilene Maria de Andrade*

Supervisão editorial: *Juliana Meireles Fortaleza*

Revisão de texto: *Rafael de Sá Cavalcanti*

Normalização bibliográfica: *Celina Tomaz de Carvalho*

Projeto gráfico e capa: *Carlos Eduardo Felice Barbeiro*

Fotos da capa: *Roali Majola (1ª capa)*
Francisco C. Martins (4ª capa)

1ª edição

1ª impressão (2010): 500 exemplares

Todos os direitos reservados

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Embrapa Informação Tecnológica

Metodologia para análise de mosto e suco de uva / editor técnico, Luiz Antenor Rizzon. – Brasília, DF : Embrapa Informação Tecnológica, 2010.
78 p.

ISBN 978-85-7383-502-1

1. Análise física. 2. Análise química. 3. Colorimetria. 4. Cromatografia. 5. Espectrofotometria. 6. Tecnologia de alimento. I. Rizzon, Luiz Antenor. II. Embrapa Uva e Vinho.

CDD 663

© Embrapa 2010

Autores

Luiz Antenor Rizzon

Engenheiro-agrônomo, doutor em Enologia/Ampelologia pela Université de Bordeaux II, pesquisador aposentado da Embrapa Uva e Vinho, Bento Gonçalves, RS

Magda Beatris Gatto Salvador

Licenciada em Ciências, analista da Embrapa Uva e Vinho, Bento Gonçalves, RS
magda@cnpuv.embrapa.br

Apresentação

O processamento agroindustrial da uva requer, entre outras coisas, a adoção de uma metodologia analítica padrão que permita avaliar a composição e a qualidade do mosto e do suco de uva. A partir dos resultados da análise, o técnico responsável pela elaboração terá os subsídios necessários para a aplicação prática do conhecimento visando à obtenção de produtos de qualidade em conformidade com a legislação vigente.

A detecção antecipada de problemas no mosto ou no suco de uva é importante porque, se não corrigidos adequadamente, poderão acarretar um produto de baixa qualidade, com menor valor de mercado ou mesmo impróprio para comercialização e consumo. Logo, torna-se importante o conhecimento das técnicas analíticas e o seu emprego na rotina por parte dos profissionais da área.

Lucas da Ressurreição Garrido

Chefe-Geral da Embrapa Uva e Vinho

Sumário

Capítulo 1

Determinações analíticas efetuadas por meio de métodos físico-químicos

Introdução.....	9
Densidade relativa a 20/20 °C	10
Grau Babo.....	13
Grau Brix.....	14
Acidez total	16
Acidez volátil	17
pH.....	19
Nitrogênio amoniacal.....	20
Dióxido de enxofre livre.....	22
Dióxido de enxofre total.....	24

Capítulo 2

Determinações analíticas efetuadas por meio da colorimetria

Introdução.....	27
Prolina.....	29
Ácido sórbico	31
Fósforo	33

Capítulo 3

Determinações analíticas efetuadas por meio da espectrofotometria de absorção e emissão atômica

Introdução.....	37
Potássio.....	39
Sódio.....	41
Cálcio.....	43
Magnésio.....	45
Manganês.....	47
Ferro.....	48
Cobre.....	50
Zinco.....	52
Lítio.....	54
Rubídio.....	56

Capítulo 4

Determinações analíticas efetuadas por meio da cromatografia de fase gasosa

Introdução.....	59
Etanol.....	60
Metanol.....	62

Capítulo 5

Determinações analíticas efetuadas por meio da cromatografia líquida de alta eficiência (Clae)

Introdução.....	69
Ácido tartárico e málico.....	71
Ácido sórbico.....	74

Referências.....	77
-------------------------	-----------

Determinações analíticas efetuadas por meio de métodos físico-químicos

Luiz Antenor Rizzon | Magda Beatris Gatto Salvador

Introdução

As análises clássicas correspondem a um conjunto de determinações efetuadas nos mostos e sucos de uva, conhecidas desde a primeira metade do século 19 (AMERINE; OUGH, 1974; ANGELUCCI et al., 1987; GIANNESI; MATTA, 1987; RIBÉREAU-GAYON et al., 1998), e são exigidas para a comercialização desses produtos. O mosto corresponde ao líquido extraído da uva, enquanto o suco de uva representa o mosto processado, isto é, submetido a determinadas práticas para auxiliar na extração da matéria corante e garantir a sua clarificação, estabilização e conservação até o momento do consumo. Mesmo que esse conjunto de determinações não seja suficiente para garantir a genuinidade, elas contribuem para a formação de uma primeira impressão geral dos mostos e sucos de uva. Além disso, elas informam sobre aspectos importantes, tais como: aspecto, estrutura, qualidade e possíveis alterações causadas por agentes microbiológicos ou pela utilização de práticas e de produtos enológicos inadequados por ocasião da elaboração do suco de uva.

Para a realização dessas determinações são utilizados métodos físicos, químicos e físico-químicos.

Essas determinações analíticas básicas, quando efetuadas nos sucos de uva, além de serem uma exigência legal, são fundamentais para

o controle de qualidade e para a detecção de eventuais falhas que podem ocorrer em toda a cadeia produtiva do suco de uva.

Densidade relativa a 20/20 °C

Definição

O peso específico ou massa volumétrica do mosto ou do suco de uva corresponde à relação entre a massa de um certo volume desse mosto ou do suco de uva a 20 °C e esse volume. A densidade relativa é a relação entre o peso específico do mosto ou do suco de uva e o peso específico da água a 20 °C.

Princípio do método

- Aerometria.

Material

- Densímetro Dujardin-Salleron.
- Termômetro de 0 °C a 50 °C.
- Proveta de 250 mL.
- Erlenmeyer de 500 mL.

Modo operatório

Homogeneizar a amostra de mosto ou de suco de uva, ajustar a temperatura a 20 °C, colocar o mosto na proveta e introduzir com cuidado o densímetro. Efetuar a leitura na parte superior do menisco, quando o densímetro estiver em repouso, e anotar o valor da densidade.

Cálculo do resultado

O valor da densidade relativa a 20 °C corresponde à medida efetuada diretamente no densímetro. A Tabela 1 indica a equivalência entre o valor da densidade, o teor de açúcar em g L⁻¹ e o álcool provável do vinho.

Tabela 1. Relação entre a densidade, o teor de açúcar do mosto e o grau alcoólico provável do vinho.

Densidade relativa 20/20 °C	Açúcar (g L ⁻¹)	Álcool provável (% v/v)	Densidade relativa 20/20 °C	Açúcar (g L ⁻¹)	Álcool provável (% v/v)
1.035	63	3,7	1.053	111	6,5
1.036	66	3,9	1.054	114	6,7
1.037	69	4,0	1.055	116	6,8
1.038	72	4,2	1.056	119	7,0
1.039	74	4,4	1.057	122	7,2
1.040	76	4,5	1.058	124	7,3
1.041	80	4,7	1.059	127	7,5
1.042	82	4,8	1.060	130	7,6
1.043	84	5,0	1.061	132	7,8
1.044	87	5,1	1.062	135	7,9
1.045	90	5,3	1.063	138	8,1
1.046	92	5,4	1.064	140	8,2
1.047	95	5,6	1.065	143	8,4
1.048	98	5,7	1.066	146	8,6
1.049	100	5,9	1.067	148	8,7
1.050	103	6,0	1.068	151	8,9
1.051	106	6,2	1.069	154	9,0
1.052	108	6,3	1.070	156	9,2

Continua...

Tabela 1. Continuação.

Densidade relativa 20/20 °C	Açúcar (g L ⁻¹)	Álcool provável (% v/v)	Densidade relativa 20/20 °C	Açúcar (g L ⁻¹)	Álcool provável (% v/v)
1.071	159	9,4	1.091	212	12,5
1.072	162	9,5	1.092	215	12,6
1.073	164	9,7	1.093	218	12,8
1.074	167	9,8	1.094	220	12,9
1.075	170	10,0	1.095	223	13,1
1.076	172	10,1	1.096	226	13,3
1.077	175	10,3	1.097	228	13,4
1.078	178	10,5	1.098	231	13,6
1.079	180	10,6	1.099	234	13,8
1.080	183	10,8	1.100	236	13,9
1.081	186	10,9	1.101	239	14,1
1.082	188	11,0	1.102	242	14,3
1.083	191	11,2	1.103	244	14,4
1.084	194	11,4	1.104	247	14,6
1.085	196	11,5	1.105	250	14,7
1.086	199	11,7	1.106	252	14,9
1.087	202	11,9	1.107	255	15,0
1.088	204	12,0	1.108	258	15,2
1.089	207	12,2	1.109	260	15,3
1.090	210	12,3	1.110	263	15,5

Grau Babo

Definição

O grau Babo representa a porcentagem de açúcar, em peso, no mosto ou no suco de uva. A partir do teor de açúcar, é possível calcular o grau alcoólico provável do vinho.

Princípio do método

Aerometria.

Material

- Mostímetro de grau Babo (Provin) com escala de 8% a 32% com divisão de 0,1% a 20 °C.
- Termômetro de 0 °C a 50 °C.
- Proveta de 250 mL.
- Erlenmeyer de 500 mL.
- Prensa manual para extração do mosto.

Modo operatório

Depois de extrair uma quantidade de mosto de uma amostra de uva representativa do lote, ou após retirar um volume de mosto depois da uva esmagada, homogeneizar a amostra e ajustar a temperatura conforme indicação do fabricante do mostímetro, geralmente a 20 °C. Passar a amostra de mosto ou de suco de uva para a proveta, colocando-a em uma superfície plana e introduzir o mostímetro com cuidado. Fazer a leitura quando o mostímetro estiver em repouso e anotar o resultado. A leitura é feita na parte superior do menisco. Caso a temperatura não seja adequada, efetuar a correção com auxílio de tabela ou ajustá-la esfriando ou aquecendo, conforme o caso.

Cálculo do resultado

O grau Babo representa o valor lido diretamente no mostímetro.

Grau Brix

Definição

O grau Brix representa a porcentagem de sólidos solúveis totais, em peso, no mosto ou no suco de uva. O grau Brix sempre apresenta valor mais elevado em relação ao grau Babo, em virtude da participação dos ácidos orgânicos, da matéria corante, dos minerais e das substâncias nitrogenadas que também compõem os sólidos solúveis totais.

Por isso, nas medidas feitas no mosto da uva verde a diferença entre o grau Brix e o grau Babo é maior.

Princípio do método

Refratometria, que se baseia no princípio de desvio dos raios luminosos que atravessam meios transparentes de diferentes índices de refração. O método é aplicável somente aos mostos e aos sucos, pois o álcool do vinho interfere no índice de refração.

Material

- Refratômetro de bancada ou manual com escala de 0% a 100% ou refratômetro manual de escala de 0% a 32% aferido a 20 °C.
- Termômetro de 0 °C a 50 °C.
- Pipeta graduada.

Modo operatório

Colocar, com o auxílio de uma pipeta graduada, algumas gotas do mosto ou do suco de uva a se analisar no prisma fixo e fechar com a parte superior do prisma móvel. Efetuar a leitura e anotar o resultado. Limpar e secar o prisma com papel extrafino.

Caso o refratômetro não esteja acoplado a um banho termostatizado com circulação de água a 20 °C, ou a amostra esteja a uma temperatura diferente de 20 °C, verificar sua temperatura e efetuar a correção do grau Brix com auxílio da tabela abaixo.

Cálculo

O grau Brix é obtido por meio da leitura direta do refratômetro quando o aparelho dispõe de correção da temperatura; caso contrário, utilizar a Tabela 2.

Tabela 2. Correção do grau Brix, em função de temperaturas inferiores e superiores a 20 °C.

Temperatura (°C)	Porcentagem de sacarose (°Brix)														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
Subtrair do Brix lido															
10	0,50	0,54	0,58	0,61	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,73	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79
11	0,46	0,49	0,53	0,55	0,58	0,60	0,62	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
12	0,42	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,61	0,63	0,63
13	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,54	0,55	0,55
14	0,33	0,35	0,37	0,39	0,40	0,41	0,42	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,48
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39	0,38	0,40	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
Adicionar ao Brix lido															
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32

Continua...

Tabela 2. Continuação.

Temperatura (°C)	Porcentagem de sacarose (°Brix)														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64
29	0,64	0,66	0,68	0,69	0,71	0,72	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81

Acidez total

Definição

A acidez total corresponde à soma dos ácidos tituláveis quando se neutraliza o mosto ou suco de uva a pH 7,0 com solução alcalina.

Princípio do método

Titulação química utilizando o azul de bromotimol como indicador.

Material

- Bureta graduada de 25 mL.
- Pipeta volumétrica de 5 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.

Reagentes

- Solução de hidróxido de sódio 0,1 N.
- Solução de azul de bromotimol a 4 g L⁻¹ (diluído em solução alcoólica a 20%).

Modo operatório

Adicionar 5 mL de mosto ou de suco de uva e algumas gotas da solução de azul de bromotimol em um erlenmeyer de 250 mL. Titular com a solução de hidróxido de sódio 0,1 N até o aparecimento da coloração azul, tendo o cuidado de anotar o volume gasto.

Cálculo do resultado

A acidez total é calculada por meio da fórmula

$$\text{Acidez total (meq L}^{-1}\text{)} = \frac{n \times N \times 1.000}{V}$$

onde

n = quantidade (mL) de solução de hidróxido de sódio gasta na titulação

N = normalidade da solução de hidróxido de sódio

V = volume da amostra em mL.

Acidez volátil

Definição

A acidez volátil corresponde à soma dos ácidos graxos da série acética presentes no mosto ou no suco de uva no estado livre ou salificado.

Princípio do método

A separação dos ácidos voláteis é efetuada por meio do arraste pelo vapor d'água.

Material

- Aparelho segundo Cazenave-Ferré com coluna de refrigeração de 40 cm.

- Bureta de 25 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Pipeta de 10 mL.

Reagentes

- Solução de hidróxido de sódio 0,1 N.
- Solução alcoólica de fenolftaleína a 1%.
- Ácido tartárico em cristais.

Modo operatório

Colocar de 250 mL a 300 mL de água no balão do aparelho, segundo Cazenave-Ferré, e 10 mL de mosto ou de suco de uva e alguns cristais de ácido tartárico no tubo borbulhador. Posicionar um erlenmeyer de 250 mL na saída do condensador. Ligar o aquecedor com a torneira do vapor aberta para retirar o dióxido de carbono presente na água. Um pouco antes de a água começar a ferver, fechar a torneira para que o vapor borbulhe na amostra de mosto ou de suco de uva, arrastando os ácidos voláteis. Parar o aquecimento quando forem recolhidos 100 mL de destilado no erlenmeyer. Acrescentar algumas gotas da solução de fenolftaleína e titular com a solução de hidróxido de sódio 0,1 N até o aparecimento da cor rosada.

Cálculo do resultado

A acidez volátil bruta é calculada por meio da fórmula

$$\text{Acidez volátil (meq L}^{-1}\text{)} = \frac{n \times N \times 1.000}{V}$$

onde

n = quantidade (mL) de solução de hidróxido de sódio gasta na titulação

N = normalidade da solução de hidróxido de sódio

V = volume da amostra em mL.

pH

Definição

O pH do mosto ou do suco de uva corresponde à concentração de íons de hidrogênio ali dissolvido. O pH dos mostos e dos sucos de uva brasileiros é variável de 3,0 até 3,4, dependendo da cultivar, da safra e da origem geográfica.

Princípio do método

Efetua-se a medida da diferença de potencial entre dois eletrodos mergulhados na amostra estudada. Um dos eletrodos tem um potencial que é função do pH da amostra a se analisar, o outro tem um potencial fixo conhecido e corresponde ao eletrodo de referência.

Material

- Peagômetro com escala de, no mínimo, 0,1 unidade de pH.
- Eletrodos – Os eletrodos de vidro devem ser conservados na água destilada, enquanto os de calomel, em uma solução saturada de cloreto de potássio.

Reagentes

- Solução tampão de pH 3,0.
- Solução tampão de pH 4,0.

Uma solução saturada de tartarato ácido de potássio ($5,7 \text{ g L}^{-1}$) possui um pH de 3,57 a $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Essa solução pode se conservar bem até dois meses em presença de $0,5 \text{ g L}^{-1}$ de timol e também pode ser utilizada para a calibração do peagômetro.

Modo operatório

O aparelho deve ser calibrado com a solução tampão de pH 3,0 a uma temperatura de 20 °C. A seguir, lavar bem o eletrodo com água destilada.

Na sequência, introduzir o eletrodo na solução tampão de pH 4,0 à temperatura de 20 °C; caso esteja regulado, o aparelho deverá indicar o mesmo valor da solução. Lavar novamente o eletrodo com água destilada.

Depois de calibrado, medir o pH do mosto ou do suco de uva em uma amostra, inicialmente colocada em um copo de béquer de 100 mL, tendo o cuidado de agitar levemente com o auxílio de um agitador magnético e introduzir o eletrodo no líquido; uma vez estabilizado, efetuar a leitura do pH do mosto ou do suco no aparelho.

Nitrogênio amoniacal

Definição

O nitrogênio amoniacal ou nitrogênio mineral é um componente natural do mosto e do suco de uva. Trata-se da forma de nitrogênio prontamente disponível para as leveduras na fermentação alcoólica. A sua determinação é importante para conhecer o grau de fermentescibilidade do mosto.

Princípio do método

A determinação do nitrogênio amoniacal baseia-se na alcalinização com óxido de magnésio, seguida pelo arraste de vapor e posterior titulação em solução ácida.

Material

- Destilador por arraste de vapor.

- Agitador magnético.
- Erlenmeyer de 50 mL.
- Pipetas volumétricas de 5 mL e de 10 mL.
- Tubos de destilação.
- Bureta de 10 mL com carregamento automático.
- Espátula.

Reagentes

Óxido de magnésio (MgO) calcinado. Aquecer o óxido de magnésio leve na mufla a 700 °C por duas horas. Deixar esfriar no dessecador e guardar em frasco fechado, para evitar a formação de carbonato, que interfere na análise. Caso o óxido de magnésio tenha sido calcinado há mais de seis meses, recomenda-se repetir a operação.

Solução de ácido bórico indicador. Dissolver 40 g de ácido bórico em 1.400 mL de água destilada quente. Após esfriar, transferir para um balão de 2 L contendo 400 mL de etanol a 95% v/v e 40 mL de uma solução obtida pela dissolução de 0,66 g de verde de bromocresol e 0,33 g de vermelho de metila em 1.000 mL de etanol a 95% v/v. Misturar a solução no balão volumétrico e adicionar cuidadosamente hidróxido de sódio 0,05 N até observar uma leve mudança de cor de roxo para verde-claro ao adicionar 1 mL de indicador; completar a seguir o volume a 2 L com água destilada e homogeneizar.

Solução de ácido sulfúrico a 0,01 N preparada a partir da diluição de uma solução de 1 N.

Modo operatório

Pipetar 10 mL de mosto ou de suco de uva para análise em um tubo de destilação, acrescentar uma quantidade de óxido de magnésio calcinado suficiente para elevar o pH a mais de 8,5. A quantidade de

óxido de magnésio gasta geralmente varia de 0,2 g a 0,3 g. Conectar o tubo ao destilador e iniciar o processo de destilação. A velocidade de destilação deve ser suficiente para recolher 10 mL por minuto. No início pode ser mais lenta para evitar a excessiva formação de espuma, devendo destilar durante 3 minutos e 30 segundos.

Recolher o destilado em erlenmeyer de 50 mL com 5 mL de indicador ácido bórico. Encerrar a destilação depois de recolher de 35 mL a 40 mL.

Titular com ácido sulfúrico 0,01 N e anotar o valor.

Antes de destilar a amostra de mosto ou de suco de uva a se analisar, destilar e titular uma prova em branco e anotar o valor obtido.

Cálculo do resultado

A quantidade de nitrogênio amoniacal da amostra de mosto ou de suco de uva é obtida pela fórmula:

$$\text{Nitrogênio amoniacal (mg L}^{-1}\text{)} = (\text{mL gastos na titulação da amostra} - \text{mL gastos na prova em branco}) \times 1,75$$

Dióxido de enxofre livre

Definição

O dióxido de enxofre livre corresponde àquele encontrado na forma de SO_2 , H_2SO_3 , HSO_3^- e SO_3^{2-} .

Princípio do método

Após uma acidificação enérgica o SO_2 é oxidado diretamente pelo iodo até alcançar colocação azul, utilizando amido como indicador.

Material

- Bureta graduada de 25 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL com tampa esmerilhada.
- Pipetas volumétricas de 2 mL e 50 mL.
- Copo de béquer de 100 mL.

Reagentes

- Solução de iodo 0,02 N.
- Solução de ácido sulfúrico a 6%.
- Solução de amido a 1%.

Modo operatório

Colocar um erlenmeyer de 250 mL, 50 mL de mosto ou suco de uva a se analisar, 2 mL da solução de ácido sulfúrico a 60% e 2 mL da solução de amido. Titular com a solução de iodo 0,02 N até o aparecimento da cor azul persistente. Anotar o volume gasto.

Cálculo do resultado

O dióxido de enxofre livre do mosto ou suco é obtido por meio da fórmula

$$\text{Dióxido de enxofre livre (mg L}^{-1}\text{)} = \frac{n \times N \times 32 \times 1.000}{V}$$

onde:

n = quantidade (mL) da solução de iodo gasta na titulação

N = normalidade da solução de iodo

V = volume da amostra em mL

32 = um meq de iodo (127 mg) oxida 32 mg de SO₂.

Dióxido de enxofre total

Definição

O dióxido de enxofre total corresponde à soma do dióxido de enxofre livre e do combinado encontrado no mosto ou suco de uva.

Princípio do método

O dióxido de enxofre do mosto ou suco de uva é liberado num meio alcalino e depois em meio ácido; posteriormente é oxidado pelo iodo até alcançar coloração azul, utilizando o amido como indicador.

Material

- Bureta graduada de 25 mL.
- Erlenmeyer de 250 mL com tampa esmerilhada.
- Pipetas volumétricas de 2 mL, 5 mL, 20 mL e 50 mL.
- Pera de borracha para pipetagem.
- Copo de béquer de 100 mL.

Reagentes

- Solução de iodo 0,02 N.
- Solução de ácido sulfúrico a 30%.
- Solução de hidróxido de sódio 1 N.
- Solução de amido a 1%.

Modo operatório

Em um erlenmeyer de 250 mL, transferir 25 mL de solução de hidróxido de sódio 1 N e 50 mL da amostra. Tapar o erlenmeyer e deixar em repouso por 15 minutos. Adicionar 2 mL de solução de amido e

5 mL de ácido sulfúrico a 30%. Titular com solução de iodo 0,02 N até o aparecimento de cor azul persistente. Anotar o volume da solução de iodo gasto na titulação.

Cálculo do resultado

O dióxido de enxofre total do mosto ou suco de uva é obtido por meio da fórmula

$$\text{Dióxido de enxofre total (mg L}^{-1}\text{)} = \frac{n \times N \times 32 \times 1.000}{V}$$

onde:

n = quantidade (mL) da solução de iodo gasta na titulação

N = normalidade da solução de iodo

V = volume da amostra em mL

32 = um meq de iodo (127 mg) oxida 32 mg de SO₂.

Determinações analíticas efetuadas por meio da colorimetria

Luiz Antenor Rizzon | Magda Beatris Gatto Salvador

Introdução

Muitos métodos de análise de mostos e sucos de uva estão baseados na medida quantitativa da absorção da luz por uma solução (GAROGLIO, 1973; BLOUIN, 1977; RIBÉREAU-GAYON et al., 1976; UNIVERSITÉ DE BORDEAUX II, 1982). A concentração na solução da substância absorvente é proporcional à quantidade de luz absorvida. Essas medidas são efetuadas por instrumentos denominados fotocolorímetros ou espectrofotômetros.

As radiações eletromagnéticas com comprimento de onda compreendido entre 380 nm e 750 nm (1 nm = nanômetro = 10^{-9} m ou 10^{-7} cm) são visíveis ao olho humano. A luz visível constitui uma parcela muito pequena no espectro eletromagnético. A região do espectro cujas radiações possuem um comprimento de onda inferior a 380 nm é denominada de ultravioleta (UV). Comprimentos de onda acima de 750 nm correspondem à região do infravermelho (IR).

A irradiação de uma substância por uma luz branca (luz solar) desencadeia a seguinte reação, segundo a estrutura e o estado da superfície dessa substância:

- Se todas as radiações incidentes são refletidas ou difusas, a substância apresenta cor branca.

- Se todas as radiações são absorvidas, a substância apresenta cor preta.
- Se uma parte das radiações são absorvidas seletivamente, a substância apresenta-se colorida.

Quando uma solução aparece colorida para o olho humano, é porque a mesma absorve toda a luz incidente, com exceção do intervalo de comprimento de onda observado pela visão.

Segundo a natureza da radiação colorida, obtêm-se os espectros de absorção da luz, de tal modo que a imagem espectral pode servir para identificar uma determinada substância.

As medidas são efetuadas por meio da transmitância, que corresponde à relação existente entre a intensidade do raio de luz monocromático que incide sobre uma solução colorida e a intensidade de luz emergente, ou seja, a luz que foi absorvida. Quando a intensidade de luz incidente é igual a 100%, a intensidade de luz emergente pode ser medida como percentagem de transmitância (%T). A absorbância corresponde à relação entre intensidade de luz absorvida por uma solução corada e a redução da intensidade de luz transmitida. A medida de absorção é a absorbância (A).

Os princípios gerais da colorimetria seguem a lei de Bouguer-Lambert, que cita que

[...] ao incidir um raio de luz sobre diversas camadas opticamente homogêneas e de espessuras conhecidas, a transmissão da luz decresce logaritmicamente com o aumento linear da espessura da camada. (OHLWEILER, 1981, p. 169).

e a de Lambert-Beer, que cita que "a absorbância é proporcional à concentração" (OHLWEILER, 1981, p. 63).

Prolina

Definição

A prolina é um dos principais aminoácidos encontrados nos mostos e no suco de uva. Durante o processo fermentativo, a prolina não sofre variações acentuadas, uma vez que seu nitrogênio não é utilizado normalmente pelas leveduras na fermentação alcoólica. Os mostos de algumas cultivares de *Vitis vinifera* se caracterizam por apresentar teores mais elevados de prolina em relação àqueles de uvas do grupo das americanas.

Princípio do método

A prolina existente na amostra de mosto ou suco de uva reage à temperatura de ebulição, em meio ácido e em presença de ninidrina, originando uma coloração violeta, com um máximo de absorção a 517 nm, proporcional à quantidade existente na amostra.

Material

- Tubos de ensaio de 20 mL com tampa de rosca.
- Pipetas de 0,25 mL, 0,5 mL, 1,0 mL, 5,0 mL e 10,0 mL.
- Balão volumétrico de 50 mL.
- Banho-maria.
- Espectrofotômetro.

Reagentes

- Ninidrina a 3% em metilcelosolve (glicol etileno monometil éter).
- Isopropanol diluído a 50% com água destilada.
- Ácido fórmico puro.
- Padrão de prolina a 500 mg L⁻¹.

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 500 mg L⁻¹ de prolina preparar os padrões de 0 mg L⁻¹, 10 mg L⁻¹, 20 mg L⁻¹, 30 mg L⁻¹, 40 mg L⁻¹ e 50 mg L⁻¹, completando o volume com água destilada.

Preparo da amostra

O mosto ou suco de uva a ser analisado deve ser diluído a 10% para ficar no limite em que apresenta uma resposta linear na leitura espectrofotométrica. Retira-se uma quantidade de 0,5 mL, coloca-se no tubo de ensaio de 20 mL com tampa de rosca, acrescenta-se 0,25 mL de ácido fórmico e 1,0 mL de solução de ninidrina. Enrosca-se a tampa, agita-se e coloca-se o tubo em banho-maria em ebulição por 15 minutos. A seguir, esfria-se o tubo a 20 °C por 5 a 10 minutos. Durante o resfriamento acrescenta-se 5,0 mL da solução de isopropanol e faz-se a leitura a 517 nm no período compreendido até 30 minutos do fim do aquecimento. Proceda-se da mesma maneira com relação às soluções para estabelecimento da curva padrão. O branco é preparado do mesmo modo, substituindo-se a amostra pelo mesmo volume de água destilada.

Cálculo do resultado

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no espectrofotômetro, traçar a curva colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações da prolina na abscissa, conforme a Figura 1.

O resultado é expresso em mg L⁻¹ de prolina, multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra.

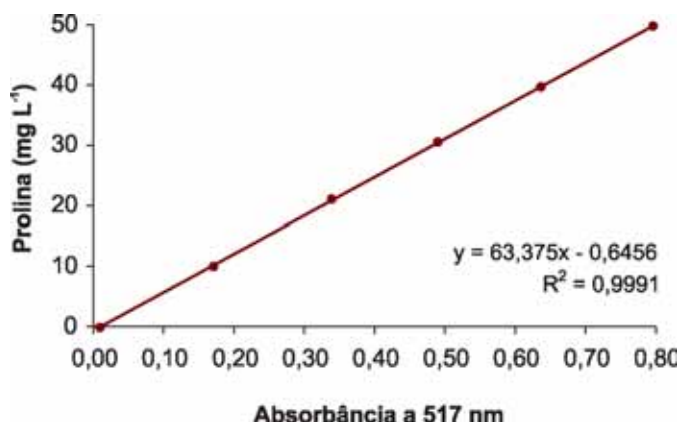


Figura 1. Curva de calibração para determinação da prolina.

Ácido sórbico

Definição

O ácido sórbico é um ácido graxo insaturado, cuja fórmula química é:



É permitida a sua utilização no suco de uva até o limite máximo de 1,0 g L⁻¹. É um produto fungistático (inibe o crescimento das leveduras) e não apresenta reduzida ação inibidora contra as bactérias acéticas e lácticas que podem degradar o produto, causando cheiro desagradável. Não apresenta ação antioxidante. Apresenta eficiência prática em associação com uma proporção de álcool e uma certa dose de dióxido de enxofre.

Princípio do método

O ácido sórbico é separado do suco de uva por meio do arraste com vapor d'água e sua concentração é determinada por espectrofotometria a 256 nm.

Material

- Espectrofotômetro ultravioleta.
- Aparelho Cazenave-Ferré (utilizado para determinação da acidez volátil).
- Balão volumétrico de 100 mL.
- Pipeta automática de 1 mL.

Reagente

- Padrão de ácido sórbico a 200 mg L⁻¹ (268 mg L⁻¹ de sorbato de potássio).
- Ácido clorídrico 0,1 N.

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 200 mg L⁻¹ de ácido sórbico (268 mg L⁻¹ de sorbato de potássio), preparar os padrões de 0,5 mg L⁻¹, 1,0 mg L⁻¹, 2,0 mg L⁻¹, 3,0 mg L⁻¹, 4,0 mg L⁻¹ e 5,0 mg L⁻¹ de ácido sórbico, em balões volumétricos de 100 mL com 0,3 mL de ácido clorídrico 0,1 N, completando o volume com água deionizada, e homogeneizar.

Preparo da amostra

Pipetar 1 mL de suco de uva no aparelho de destilação (Cazenave-Ferré). Recolher o destilado num balão volumétrico de 100 mL, que contém 0,3 mL de ácido clorídrico 0,1 N. Quando o volume estiver próximo ao traço de aferição, parar a destilação, retirar o balão e completar o nível com água deionizada. Fazer a leitura em espectrofotômetro a 256 nm (UV).

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no espectrofotômetro, utilizando a água deionizada como branco, traçar a curva

colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações de ácido sórbico na abscissa conforme a Figura 2.

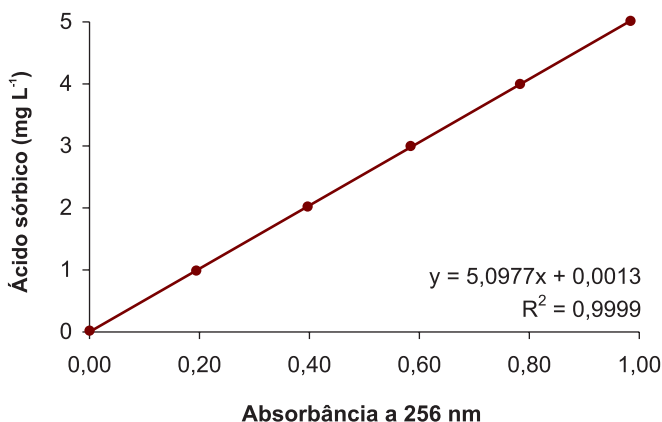


Figura 2. Curva de calibração para determinação do ácido sórbico.

Cálculo

O resultado é expresso em mg L⁻¹ de ácido sórbico, multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra.

Para indicar os valores em sorbato de potássio, multiplicar o teor de ácido sórbico por 1,34.

Fósforo

Definição

O fósforo existe naturalmente no mosto e no suco de uva, nas formas mineral e orgânica. Esse elemento tem participação importante – principalmente quando os teores são elevados – na formação de precipitados de fosfato férrico, causando turvação. Muitas vezes, ele é adicionado ao mosto na forma de fosfato de amônio, com o objetivo de facilitar a fermentação alcoólica.

Princípio do método

Fotocolorimetria.

Reagente

- Padrão de fósforo com concentração conhecida.
- Ácido ascórbico a 2%.
- Solução sulfomolibdica: dissolver 1 g de subcarbonato de bismuto em 200 mL de água deionizada, acrescentar 138 mL de ácido sulfúrico concentrado, agitar até dissolver e deixar esfriar; dissolver 20 g de molibdato de amônio em 300 mL de água deionizada.
- Transferir as duas soluções para um balão volumétrico de 1.000 mL e completar o volume com água deionizada a 20 °C.

Aparelhagem

Espectrofotômetro.

Parâmetros de operação do espectrofotômetro

Comprimento de onda: 725 nm.

Preparo da curva padrão

Em balão volumétrico de 50 mL, adicionar 10 mL de água deionizada, 5 mL de solução sulfomolibdica, 2 mL de ácido ascórbico a 2% e os padrões de fósforo de 0,2 mg L⁻¹, 0,4 mg L⁻¹, 0,6 mg L⁻¹, 0,8 mg L⁻¹ e 1,0 mg L⁻¹, obtidos a partir de uma solução de 10 mg L⁻¹, completar o volume com água deionizada, agitar e esperar 15 minutos para efetuar a leitura, utilizando cubetas de 10 mm de espessura ótica. Tratar o branco da mesma forma que a curva padrão, substituindo a solução de fósforo por água deionizada.

Preparo da amostra

Seguir o mesmo procedimento da curva padrão, substituindo a solução de fósforo por 2 mL do mosto ou do suco de uva diluído a 20%.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações de fósforo na abscissa, conforme a Figura 3.

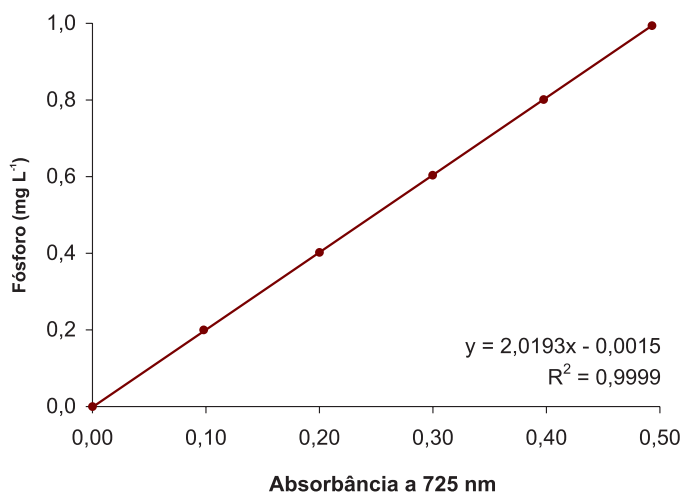


Figura 3. Curva de calibração para determinação do fósforo.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra.

Para expressar os valores obtidos em fosfato, multiplicar o valor obtido por 3,065.

Determinações analíticas efetuadas por meio da espectrofotometria de absorção e emissão atômica

Luiz Antenor Rizzon | Magda Beatris Gatto Salvador

Introdução

A espectrofotometria de absorção atômica e emissão de chama são dois princípios analíticos utilizados para a determinação dos elementos minerais do mosto e do suco de uva. Em princípio, a concentração dos metais alcalinos potássio, sódio, lítio e rubídio é determinada por emissão de chama, enquanto a dos demais (cálcio, magnésio, manganês, ferro, cobre e zinco) é determinada por absorção atômica (LACASTA, 1982; PERKIN-ELMER, 2000; TEDESCO et al., 1995).

As técnicas espectrofotométricas baseiam-se na mobilidade dos elétrons periféricos dos átomos-elétrons de valência. Essa mobilidade é determinada pelas leis da física quântica. Ao retornar ao estado de equilíbrio, os átomos liberam a energia armazenada na forma de raios eletromagnéticos – fótons, de onde se deriva o termo fotometria.

O átomo é formado por um núcleo – composto por prótons e nêutrons – cercado de elétrons. Cada elemento químico possui um número específico de elétrons que está relacionado com o núcleo atômico e que, juntamente com ele, confere uma estrutura orbital que é única para cada elemento. Os elétrons ocupam posições orbitais em uma forma pré-estabelecida e ordenada. A configuração mais estável e de menor valor magnético é conhecida como estado fundamental, além de ser a configuração orbital normal do átomo.

Quando é aplicada uma certa energia ao átomo, os elétrons mais periféricos são promovidos a um orbital menos estável e passam para o estado excitado. Nesse estado menos estável, o átomo imediatamente e espontaneamente retornará à sua configuração fundamental. O elétron, por sua vez, retornará ao seu orbital inicial, estável, e emitirá energia radiante equivalente à quantidade inicialmente absorvida no processo de excitação.

O comprimento de onda da energia radiante emitida será diretamente relacionada à transição eletrônica produzida, posto que cada elemento químico possui uma estrutura eletrônica única que o caracteriza. Portanto, o comprimento de onda da luz emitida é específico para cada elemento.

Assim, o processo de excitação e de retorno ao estado fundamental é comum tanto na absorção atômica como na emissão de chama. Por essa razão, a energia absorvida no processo de excitação e a emitida no retorno ao estado fundamental podem ser medidas e utilizadas para fins analíticos.

Na emissão atômica, a amostra é submetida a uma alta energia com o objetivo de produzir átomos no estado excitado aptos a emitir luz. A fonte de energia geralmente é uma chama. A técnica de emissão é utilizada para determinar a quantidade de um elemento presente na atmosfera; para isso, mede-se a intensidade de luz emitida no comprimento de onda do elemento a se analisar. A intensidade da emissão é proporcional ao número de átomos do elemento presente.

A absorção atômica corresponde à energia que o átomo absorve ao passar para o estado excitado, em um determinado comprimento de onda. A luz que é a fonte de excitação do átomo é simplesmente uma forma específica de energia. A característica de interesse nas medidas por absorção atômica é a intensidade de luz, o comprimento de onda ressonante que é absorvido quando a luz passa através de uma nuvem atômica. Segundo o número de átomos existentes na passagem da luz, a intensidade da luz absorvida aumenta proporcionalmente. O uso de

fontes especiais de luz (lâmpadas de cátodo oco) e a seleção cuidadosa do comprimento de onda permitem determinar quantitativamente o elemento específico presente no mosto ou no suco de uva.

A nuvem de átomos necessária para as medições em absorção atômica é obtida submetendo-se a amostra de mosto ou de suco de uva a uma determinada energia térmica, para dissociar os compostos químicos em átomos livres. A aspiração da amostra de mosto ou suco de uva em uma chama alinhada com o raio de luz emitido pela lâmpada de cátodo oco é utilizada no processo. A facilidade e a rapidez que possibilitam efetuar determinações precisas tornam a técnica de absorção atômica uma das metodologias mais aptas para a determinação dos elementos minerais em mostos e sucos de uva.

Potássio

Definição

O potássio é, quantitativamente, o cátion mais importante do mosto e do suco de uva. O teor nos mostos e no suco de uva é consequência da cultivar de videira e da evolução das condições climáticas, especialmente por ocasião da colheita.

Princípio do método

Espectrofotometria de emissão de chama.

Reagente

Padrão de potássio com concentração definida (KCl).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: 766,8 nm.
- Abertura da fenda: 0,2 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de potássio de 1 g L^{-1} , preparar os padrões de $30,0 \text{ mg L}^{-1}$, $60,0 \text{ mg L}^{-1}$, $90,0 \text{ mg L}^{-1}$, $120,0 \text{ mg L}^{-1}$ e $150,0 \text{ mg L}^{-1}$, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

O mosto ou o suco de uva deve ser diluído na proporção de 10% com água deionizada, fazendo com que a concentração fique nos limites da curva.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações na abscissa, conforme a Figura 1.

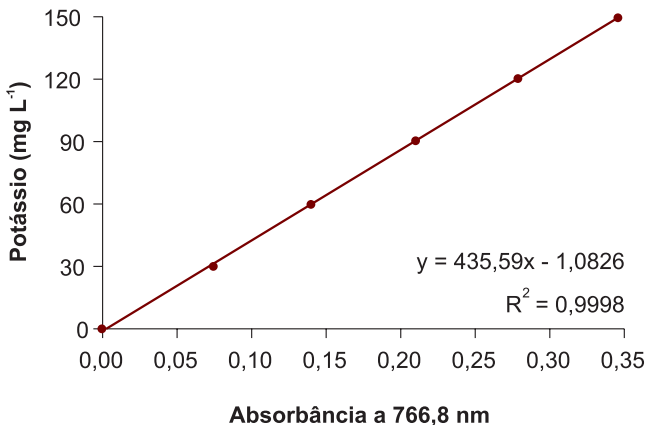


Figura 1. Curva de calibração para determinação do potássio.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra. O teor de potássio normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre 400 mg L^{-1} e 1.500 mg L^{-1} .

Sódio

Definição

O sódio é um elemento natural encontrado no mosto e no suco de uva. O seu teor está muito relacionado com o local de procedência da uva. Assim, vinhedos localizados em regiões próximas ao mar apresentam mostos e sucos de uva com teor de sódio mais elevado em relação àqueles de regiões mais afastadas. Mostos e sucos de uva de regiões mais secas também apresentam teores de sódio mais elevados do que os de outras regiões mais úmidas.

Princípio do método

Espectrofotometria de emissão de chama.

Reagente

Padrão de sódio com concentração definida (NaCl).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: $589,0 \text{ nm}$.

- Abertura da fenda: 0,2 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de sódio de 10 mg L^{-1} , preparar os padrões de $0,2 \text{ mg L}^{-1}$, $0,4 \text{ mg L}^{-1}$, $0,8 \text{ mg L}^{-1}$, $1,2 \text{ mg L}^{-1}$, $1,6 \text{ mg L}^{-1}$ e $2,0 \text{ mg L}^{-1}$, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

O mosto ou o suco de uva deve ser diluído na proporção de 10% com água deionizada, fazendo com que a concentração fique nos limites da curva.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no trabalho, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações na abscissa, conforme a Figura 2.

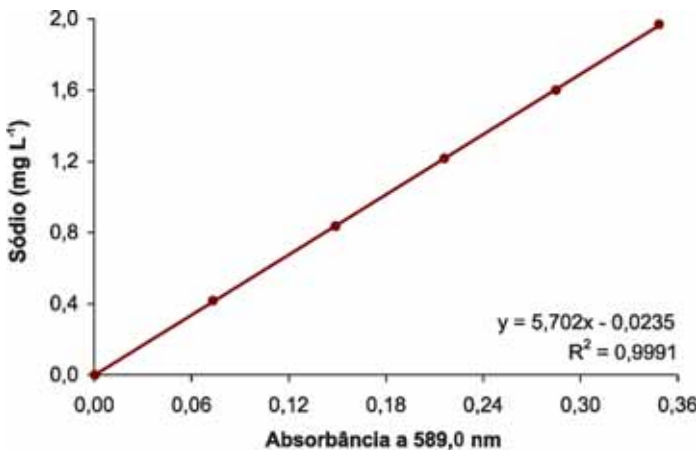


Figura 2. Curva de calibração para determinação do sódio.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra. O teor de sódio normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre 5 mg L^{-1} e 50 mg L^{-1} .

Cálcio

Definição

É importante o conhecimento da concentração de cálcio nos mostos e sucos de uva, uma vez que seu teor está relacionado com a precipitação do tartarato de cálcio, que acontece lentamente, geralmente após o seu engarrafamento. O teor de cálcio nos mostos e sucos de uva é consequência das condições do solo, do tratamento dos mostos com carbonato de cálcio, da utilização de certos agentes filtrantes.

Princípio do método

Espectrofotometria de absorção atômica.

Reagente

Padrão de cálcio com concentração definida (CaCl_2), óxido de lantânio (La_2O_3) para absorção atômica – solução a 2,5% contendo 8% de ácido clorídrico –, completar com água deionizada.

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: 422,8 nm.

- Abertura da fenda: 0,7 nm.
- Chama: ar e acetileno (reductor).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 100 mg L^{-1} de cálcio, preparar padrões de $1,0 \text{ mg L}^{-1}$, $2,0 \text{ mg L}^{-1}$, $3,0 \text{ mg L}^{-1}$, $4,0 \text{ mg L}^{-1}$, $5,0 \text{ mg L}^{-1}$ e $6,0 \text{ mg L}^{-1}$, adicionando 10% da solução de óxido de lantânio a 2,5% e completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

O mosto ou o suco de uva deve ser diluído na proporção de 4% em balão volumétrico contendo 20% da solução de óxido de lantânio. Completar o volume com água deionizada.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações na abscissa, conforme a Figura 3.

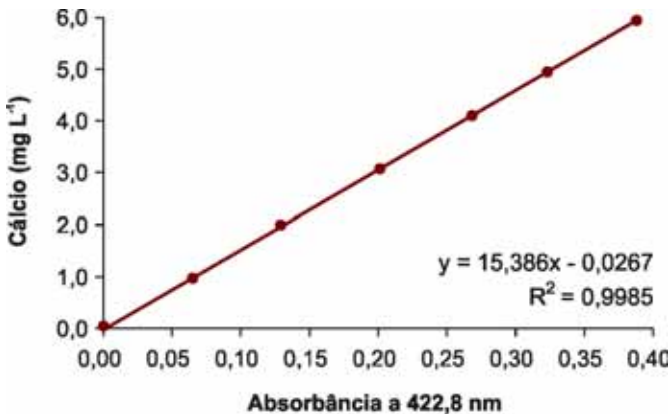


Figura 3. Curva de calibração para determinação de cálcio.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra. O teor de cálcio normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre 60 mg L^{-1} e 110 mg L^{-1} .

Magnésio

Definição

A concentração do magnésio no mosto ou no suco de uva está relacionada com o solo, com agentes filtrantes e com a conservação em recipientes de concreto armado. O pH, o tempo e a temperatura de conservação, também exercem uma influência no teor de magnésio dos mostos e nos sucos de uva.

Princípio do método

Espectrofotometria de absorção atômica.

Reagente

Padrão de magnésio em concentração definida (MgCl_2 em HCl a 6%).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação atômica

- Comprimento de onda: $285,2 \text{ nm}$.
- Abertura da fenda: $0,7 \text{ nm}$.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 20 mg L⁻¹ de magnésio, preparar os padrões de 0,2 mg L⁻¹, 0,4 mg L⁻¹, 0,6 mg L⁻¹, 0,8 mg L⁻¹ e 1,0 mg L⁻¹, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

O mosto ou o suco de uva deve ser diluído na proporção de 1% com água deionizada, fazendo com que a concentração fique nos limites da curva.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e a concentração de magnésio na abscissa, conforme a Figura 4.

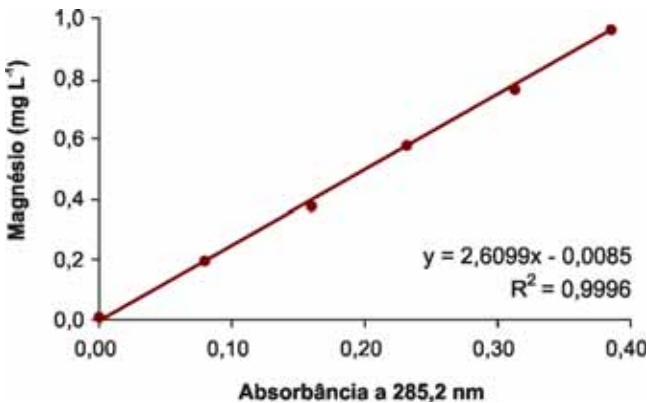


Figura 4. Curva de calibração para determinação do magnésio.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L⁻¹, multiplicando o valor encontrado na curva padrão pelo fator de diluição da amostra. O teor de magnésio normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre 50 mg L⁻¹ e 90 mg L⁻¹.

Manganês

Definição

O manganês é encontrado em todos os mostos e sucos de uva em pequenas quantidades. Alguns produtos fitossanitários utilizados para controlar as doenças das videiras podem aumentar a sua concentração nos mostos e nos sucos de uva.

Princípios do método

Espectrofotometria de absorção atômica.

Reagente

Padrão de manganês com concentração definida (MnCl_2).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento da onda: 279,5 nm.
- Abertura da fenda: 0,2 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 100 mg L⁻¹ de manganês, preparar os padrões de 0,50 mg L⁻¹, 1,00 mg L⁻¹, 1,50 mg L⁻¹, 2,00 mg L⁻¹, 2,50 mg L⁻¹ e 3,00 mg L⁻¹, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

A amostra é lida diretamente.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e as concentrações de sódio na abscissa, conforme a Figura 5.

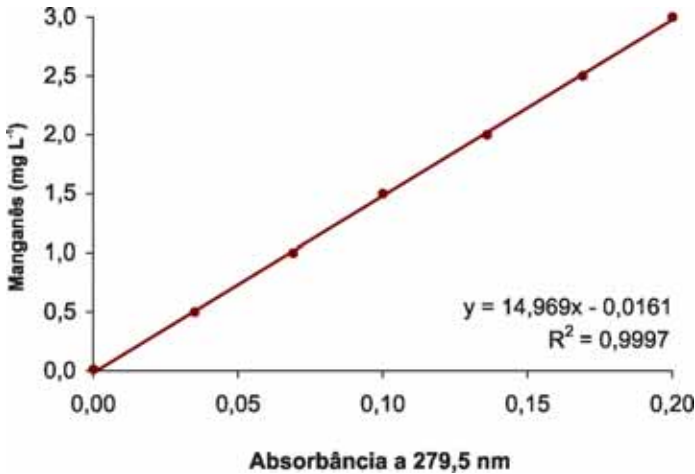


Figura 5. Curva de calibração para determinação do manganês.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , conforme leitura na curva padrão. O teor de manganês normalmente encontrado no mosto e no suco de uva varia entre $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ e $3,5 \text{ mg L}^{-1}$.

Ferro

Definição

O ferro é um cátion encontrado em todos os mostos e sucos de uva. É importante conhecer sua concentração, uma vez que participa dos processos de turvação e oxidação quando em concentrações elevadas. Teores elevados de ferro nos mostos e sucos de uva se devem ao contato com materiais e equipamentos que contenham esse mineral.

Princípio do método

Espectrofotometria de absorção atômica.

Reagente

Padrão de ferro com concentração definida (FeCl_2).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: 248,3 nm.
- Abertura de fenda: 0,2 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 100 mg L^{-1} de ferro, preparar os padrões de $1,0 \text{ mg L}^{-1}$, $2,0 \text{ mg L}^{-1}$, $4,0 \text{ mg L}^{-1}$, $6,0 \text{ mg L}^{-1}$ e $8,0 \text{ mg L}^{-1}$, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

A amostra é lida diretamente.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da leitura no aparelho, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e a concentração de ferro na abscissa, conforme a Figura 6.

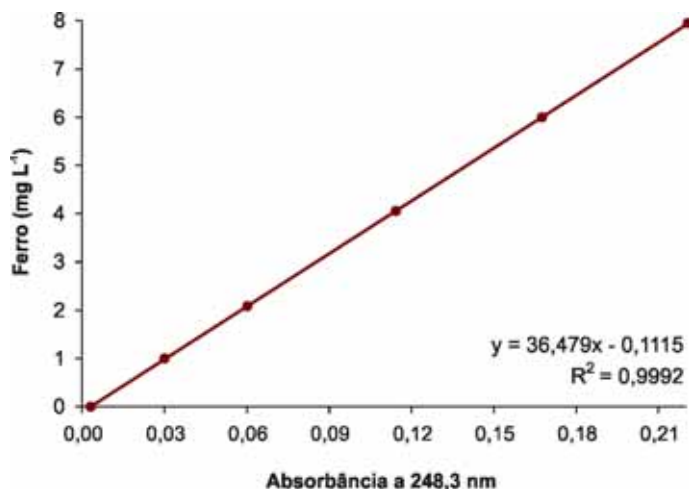


Figura 6. Curva de calibração para determinação do ferro.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L⁻¹, conforme a leitura na curva padrão. O teor de ferro normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre traços e 15 mg L⁻¹.

Cobre

Definição

O teor de cobre nos mostos e nos sucos de uva está relacionado com os processos de turvação e oxidação dos mesmos. A sua concentração pode estar relacionada com os tratamentos fitossanitários utilizados na videira ou do contato do mosto ou do suco de uva com materiais e recipientes que contêm cobre.

Princípio do método

Espectrofotometria de absorção atômica.

Reagentes

Padrão de cobre com concentração definida (CuCl_2).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: 325 nm.
- Abertura da fenda: 0,7 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 100 mg L^{-1} de cobre, preparar os padrões de $0,5 \text{ mg L}^{-1}$, $1,0 \text{ mg L}^{-1}$, $2,0 \text{ mg L}^{-1}$, $3,0 \text{ mg L}^{-1}$, $4,0 \text{ mg L}^{-1}$ e $5,0 \text{ mg L}^{-1}$, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

A amostra é lida diretamente.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e a concentração de cobre na abscissa, conforme a Figura 7.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , conforme a leitura na curva padrão. O teor de cobre normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre traços e 5 mg L^{-1} .

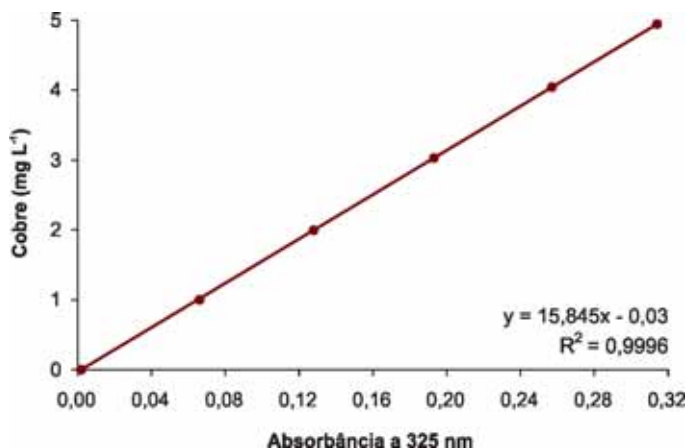


Figura 7. Curva de calibração para determinação do cobre.

Zinco

Definição

O zinco é encontrado nos mostos e nos sucos de uva em níveis muito baixos e um aumento eventual pode ser consequência do contato com certos materiais galvanizados ou de certas ligas com esse metal. Alguns produtos fitossanitários utilizados na videira podem contribuir para aumentar o teor de zinco nos mostos e nos sucos de uva.

Princípio do método

Espectrofotometria de absorção atômica.

Reagente

Padrão de zinco com concentração definida (ZnCl_2).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: 213,9 nm.
- Abertura de fenda: 0,7 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 10 mg L⁻¹ de zinco, preparar padrões de 0,10 mg L⁻¹, 0,25 mg L⁻¹, 0,50 mg L⁻¹, 1,00 mg L⁻¹ e 1,50 mg L⁻¹, completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

A leitura é feita diretamente na amostra.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva colocando os valores da absorbância na ordenada e as concentrações na abscissa, conforme a Figura 8.

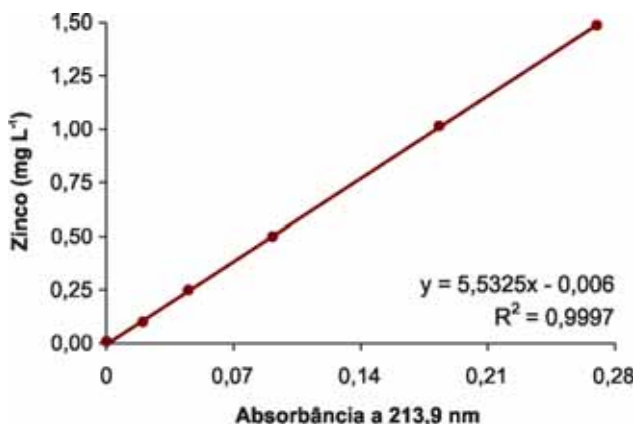


Figura 8. Curva de calibração para determinação do zinco.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L^{-1} , conforme leitura na curva padrão. O teor de zinco, normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva, varia entre $0,4 \text{ mg L}^{-1}$ e $2,0 \text{ mg L}^{-1}$.

Lítio

Definição

Lítio é um cátion que está sempre presente no mosto e no suco de uva em pequenas quantidades ($\mu\text{g L}^{-1}$). Segundo alguns autores, a sua presença estaria relacionada com o tipo de solo onde é cultivada a videira e com o pH dele. Esse elemento apresenta um certo valor discriminante para a diferenciação dos mostos das várias regiões vitícolas.

Princípio do método

Espectrofotometria de emissão de chama.

Reagente

Padrão de lítio com concentração definida (LiCl).

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do aparelho

- Comprimento de onda: $670,8 \text{ nm}$.
- Abertura da fenda: $0,2 \text{ nm}$.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 1 mg L^{-1} de lítio, preparar os padrões de $5,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$, $10,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$, $15,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$, $20,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ e $25,0 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$, adicionando-se 20% do volume de uma solução de hidróxido de potássio a 10 g L^{-1} e completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

A amostra é lida diretamente.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no aparelho, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e a concentração na abscissa, conforme a Figura 9.

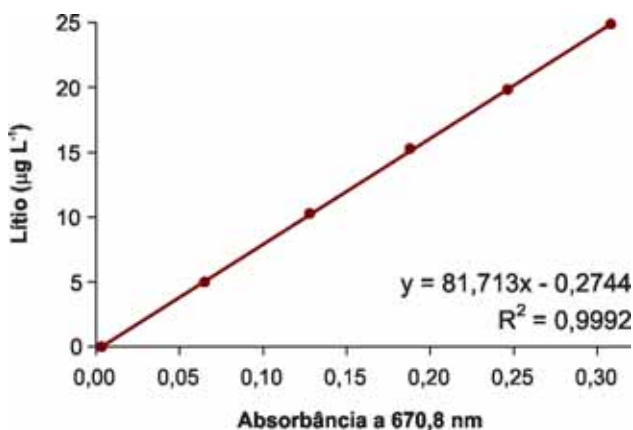


Figura 9. Curva de calibração para determinação do lítio.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em $\mu\text{g L}^{-1}$, conforme a leitura na curva padrão. O teor de lítio normalmente encontrado no mosto ou no suco de uva varia entre traços a $30 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$.

Rubídio

Definição

O rubídio é um metal do grupo dos alcalinos terrosos encontrado em todos os mostos e nos sucos de uva sempre em pequenas quantidades. Em alguns casos, esse elemento tem sido útil para diferenciar mostos provenientes de diferentes regiões vitícolas.

Princípio do método

Espectrofotometria de emissão de chama.

Reagente

- Padrão de rubídio com concentração definida.
- Hidróxido de potássio.

Aparelhagem

Espectrofotômetro de absorção atômica.

Parâmetros de operação do espectrofotômetro

- Comprimento de onda: 780 nm.
- Abertura da fenda: 0,2 nm.
- Chama: ar e acetileno (oxidante).

Preparo da curva padrão

A partir de uma solução de 100 mg L⁻¹ de rubídio, preparar os padrões de 1,0 mg L⁻¹, 2,0 mg L⁻¹, 4,0 mg L⁻¹ e 6,0 mg L⁻¹, adicionando 10% de uma solução de hidróxido de potássio a 10 g L⁻¹ e completando o volume com água deionizada.

Preparo da amostra

A amostra é lida diretamente.

Modo operatório

A partir dos padrões estabelecidos e da sua leitura no espectrofotômetro de absorção atômica, traçar a curva, colocando os valores obtidos da absorbância na ordenada e a concentração de rubídio na abscissa, conforme a Figura 10.

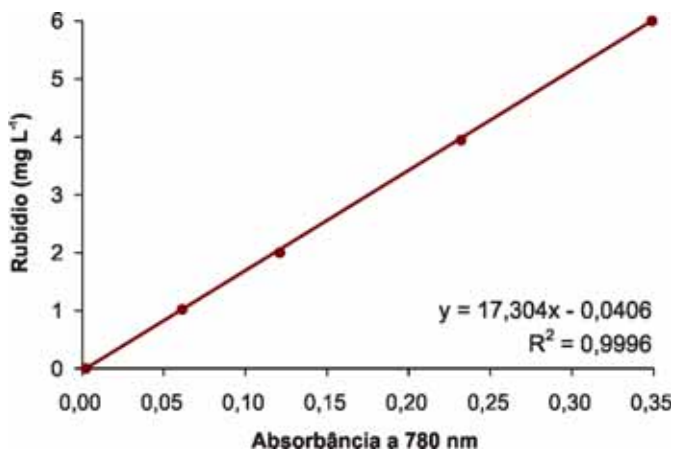


Figura 10. Curva de calibração para determinação do rubídio.

Cálculo da concentração

O resultado é expresso em mg L⁻¹, conforme a leitura na curva. Os teores de rubídio normalmente encontrados nos mostos e nos sucos de uva variam entre traços e 8 mg L⁻¹.

Determinações analíticas efetuadas por meio da cromatografia de fase gasosa

Luiz Antenor Rizzon

Introdução

A cromatografia de fase gasosa é um método de separação e análise dos componentes de uma mistura, onde cada constituinte pode ser identificado pelo tempo de retenção. A superfície do pico correspondente a cada uma dessas substâncias é proporcional à sua concentração. As substâncias a separar são inicialmente volatilizadas em um espaço aquecido que é o injetor. A seguir, são arrastadas por um gás vetor, denominado de fase móvel, através de uma coluna preenchida por um suporte sólido de textura fina, envolto por um líquido, que é a fase estacionária. Para obter tempos de retenção reprodutivos, é necessário que a temperatura do forno – espaço onde está instalada a coluna – esteja adequadamente regulada.

Na saída da coluna, as substâncias separadas chegam ao detector – geralmente do tipo de ionização de chama –, que está ligado a um eletrômetro, o qual transmite um sinal elétrico para o registrador ou para um computador que gera um gráfico (cromatograma), com os diferentes picos correspondentes às substâncias detectadas.

De modo geral, um cromatógrafo é formado pelas seguintes partes:

- Injetor, câmara aquecida onde é introduzida a amostra a se analisar através de uma microsseringa.

- Coluna, instalada no forno com temperatura regulada e que realiza a separação dos componentes da mistura.
- Forno, compartimento do cromatógrafo onde é instalada a coluna.
- Detector, que está ligado a um eletrômetro e que transmite um sinal elétrico ao detector ou a um computador.

A cromatografia gasosa é utilizada para a determinação dos compostos voláteis ou que podem ser volatilizáveis dos mostos ou sucos de uva, responsáveis pelas características aromáticas dos mesmos (AMERINE; OUGH, 1974; OFFICE INTERNATIONAL DE LA VIGNE ET DU VIN, 1990).

Etanol

Definição

O mosto e o suco de uva não contêm álcool, pois são bebidas não fermentadas, não alcoólicas. No entanto, no caso do suco de uva, a legislação brasileira estabelece o teor máximo de álcool de 0,5% v/v, o que equivale aproximadamente a 4,0 g L⁻¹ de etanol.

O teor de etanol do suco de uva permite também avaliar a qualidade da uva utilizada no processamento. Um teor elevado de etanol é indício de que a uva sofreu um início de processo fermentativo.

Princípio do método

Cromatografia gasosa.

Material

- Cromatógrafo a gás com detector de ionização de chama.
- Microseringa de 10 µL.
- Estrutura para destilação do mosto ou do suco de uva.
- Agitador magnético.

- Barra imantada.
- Balão volumétrico de 200 mL.
- Erlenmeyer de 125 mL com tampa de rosca.
- Pipeta volumétrica de 2,0 mL e de 20,0 mL.

Reagentes

Etanol com grau de pureza analítica. Solução alcoólica padrão de etanol a 4 g L^{-1} , preparada com etanol de qualidade para cromatografia gasosa e diluído em água deionizada ultrapura.

Metanol com grau de pureza analítica. Solução a 10% v/v, para padrão interno.

Modo operatório

Uma amostra de 200 mL de mosto ou de suco de uva é destilada em aparelho destilador, tendo o cuidado de reduzir ao máximo as perdas de álcool.

A partir do destilado homogeneizado, transfere-se uma quantidade de 20 mL para um erlenmeyer de 125 mL, adiciona-se 2 mL da solução de 10% v/v de metanol (padrão interno), introduz-se uma barra imantada e, com a tampa fechada, coloca-se em um agitador magnético por cinco minutos.

A seguir, retira-se $3 \mu\text{L}$ com uma microseringa e injeta-se no cromatógrafo. A separação obtida é indicada no cromatograma da Figura 1.

Condições operatórias

- Coluna: Carbowax 600.
- Comprimento: 3,2 m.
- Diâmetro: 6 mm.
- Temperatura do forno: $96 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Temperatura do vaporizador: $140 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Temperatura do detector: $160 \text{ }^\circ\text{C}$.

- Gás vetor: nitrogênio.
- Vazão do gás vetor: 30 mL min⁻¹.

Cálculo do resultado

A concentração do etanol no mosto ou no suco de uva é determinada pela comparação entre a altura do pico do etanol da amostra e o de uma solução de concentração conhecida, por meio da seguinte fórmula:

$$C \text{ de etanol em g L}^{-1} = c \cdot \frac{h \cdot I}{H \cdot i}$$

onde:

C = Concentração de etanol em g L⁻¹ na amostra a se analisar

c = Concentração de etanol na solução padrão

h = Altura do pico do etanol na amostra de mosto ou de suco de uva a se analisar

H = Altura do pico do etanol na solução padrão

I = Altura do pico do padrão interno (metanol) na solução padrão

i = Altura do pico do padrão interno (metanol) na amostra de mosto ou suco de uva.

Metanol

Definição

O metanol é um álcool encontrado naturalmente em pequena quantidade no mosto e no suco de uva. A legislação brasileira não estabelece limite para o metanol, mas, tendo em vista a sua toxicidade, é importante monitorar o seu teor. O teor de metanol do suco de uva está relacionado com o processo de elaboração, com a cultivar, e especialmente com a temperatura utilizada no processo de aquecimento para extração da cor.

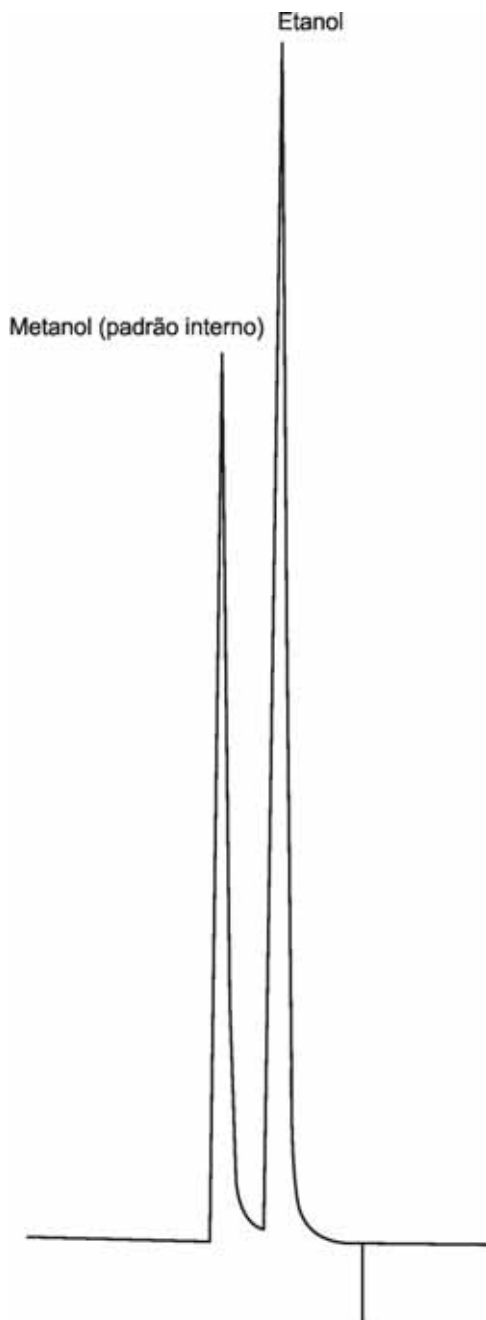


Figura 1. Cromatograma de uma análise de etanol em suco de uva.

Princípio do método

Cromatografia gasosa.

Material

- Cromatógrafo a gás com detector de ionização de chama.
- Microseringa de 10 μL .
- Estrutura para destilação do mosto ou do suco de uva.
- Agitador magnético.
- Barra imantada.
- Balão volumétrico de 200 mL.
- Erlenmeyer de 125 mL com tampa de rosca.
- Pipeta volumétrica de 2 mL e de 20 mL.

Reagentes

- Metanol com grau de pureza analítica. Solução com 100 mg L^{-1} diluído em água destilada para padrão, preparada com metanol de qualidade para cromatografia gasosa.
- 4-metil-2-pentanol com grau de pureza analítica para cromatografia gasosa, para padrão interno.
- Solução a 1,0 g L^{-1} , diluído em etanol a 20% v/v com grau de pureza analítica para cromatografia gasosa.

Modo operatório

Uma amostra de 200 mL de mosto ou de suco de uva é destilada em aparelho destilador, tendo o cuidado de reduzir ao máximo as perdas dos compostos voláteis, especialmente o metanol.

A partir do destilado homogeneizado, transfere-se uma quantidade de 20 mL para um erlenmeyer de 125 mL, adiciona-se 2 mL de solução

a 1,0 g L⁻¹ de 4-metil-2-pentanol com uma barra imantada e a tampa fechada e coloca-se em um agitador magnético por cinco minutos.

Retira-se uma quantidade de 3 µL com uma microsseringa e injeta-se no cromatógrafo. A separação obtida e indicada no cromatograma da Figura 2.

Condições operatórias

- Coluna: Carbowax 600.
- Comprimento: 3,2 m.
- Diâmetro: 6,0 mm.
- Temperatura do forno: 96 °C.
- Temperatura do vaporizador: 140 °C.
- Temperatura do detector: 160 °C.
- Gás vetor: nitrogênio.
- Vazão do gás vetor: 30 mL min⁻¹.

Cálculo do resultado

A concentração de metanol no mosto ou no suco de uva é determinada pela comparação entre a altura do pico do metanol na amostra e numa solução de metanol de concentração conhecida, por meio da seguinte fórmula:

$$C \text{ de metanol em mg L}^{-1} = c \cdot \frac{h \cdot I}{H \cdot i}$$

onde

C = Concentração do metanol em mg L⁻¹ na amostra a se analisar

c = Concentração do metanol na solução padrão

h = Altura do pico do metanol na amostra de mosto ou de suco de uva

H = Altura do pico do metanol na solução padrão

I = Altura do pico do padrão interno (4-metil-2-pentanol) na solução padrão

i = Altura do pico do padrão interno (4-metil-2-pentanol) na amostra de mosto ou suco de uva.

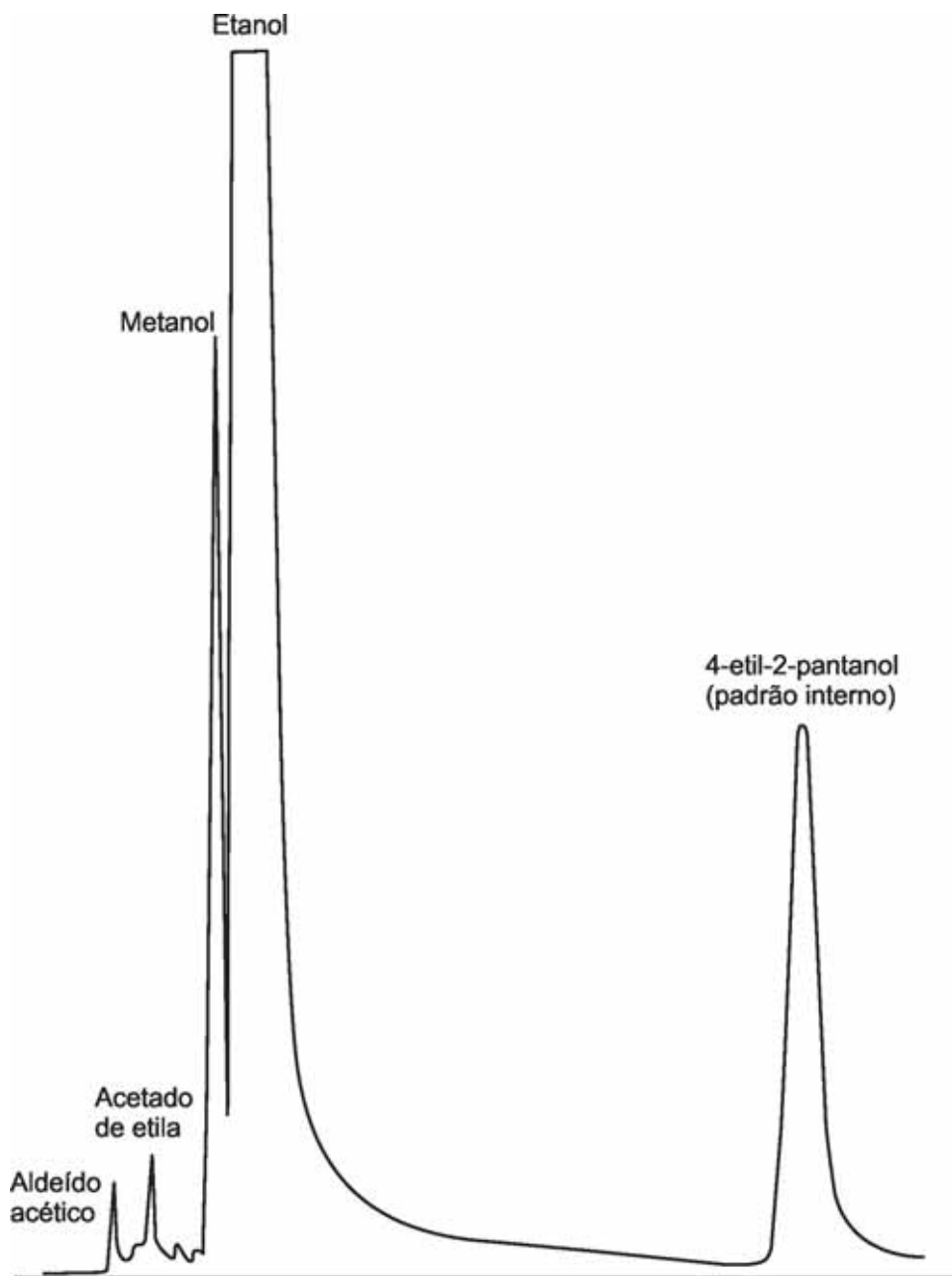


Figura 2. Cromatograma de uma análise de metanol em suco de uva.

Determinações analíticas efetuadas por meio da cromatografia líquida de alta eficiência (Clae)

Luiz Antenor Rizzon | Magda Beatris Gatto Salvador

Introdução

A cromatografia de fase líquida de alta eficiência é um método de separação e de dosagem dos constituintes de uma mistura. A separação é efetuada por meio de quatro princípios cromatográficos:

Adsorção: a separação acontece em função da capacidade dos componentes da mistura de serem adsorvidos pela fase estacionária. Nesse caso, a fase estacionária geralmente é uma sílica com grupos ativos que adsorvem. A fase móvel é um solvente anidro de polaridade comparável àquela dos componentes a se analisar.

Partição: a separação depende da retenção dos componentes entre as fases estacionária e móvel, a qual está relacionada com afinidade química com cada uma das fases. A fase estacionária é um líquido impregnado de um suporte inerte – geralmente, a sílica desativada. Quando a fase estacionária é polar, o solvente deve ser apolar; nesse caso, a separação ocorre em fases normais. Quando a fase estacionária é apolar, o solvente deve ser polar; nesse caso, trata-se da separação com fases inversas.

A cromatografia de partição é utilizada para os compostos de baixo peso molecular. Os mais polares são separados por partição com

fases normais. Os compostos pouco ou não polares são separados por partição mediante fases inversas.

Troca de íons: a separação dos componentes depende das características iônicas, isto é, da sua constante de dissociação e da sua carga elétrica. Nesse caso, a fase estacionária é uma resina ou uma sílica carregada eletricamente. A fase móvel é normalmente tamponada a um pH elevado. A cromatografia de troca de íons é utilizada principalmente para separar compostos iônicos ou ionizáveis.

Exclusão: nesse caso, a fase estacionária é um polímero pouco reticulado que se expande em contato com a fase móvel ou uma sílica com os poros de tamanho calibrado. A retenção das moléculas acontece em função do tamanho. A cromatografia de exclusão é utilizada para separar substâncias de peso molecular diferente.

As colunas analíticas utilizadas na cromatografia líquida são constituídas de tubo de aço inoxidável de comprimento variável de 5 cm a 100 cm, e de diâmetro interior de 4,7 mm. O tubo é preenchido por uma fase estacionária de granulometria fina resistente a pressão. O mais comum é utilizar microesferas de sílica de diâmetro variável de 5 μm a 10 μm , com diferente carga elétrica ou de poros calibrados conforme o tipo de separação a se realizar.

Os detectores mais utilizados são os espectrofotométricos, que atuam na região do visível e do ultravioleta, e os refratométricos, que medem o índice de refração entre a fase móvel e o eluente.

A cromatografia líquida é utilizada para a determinação dos compostos orgânicos fixos dos mostos e dos sucos de uva, especialmente os ácidos orgânicos, os compostos fenólicos (antocianinas, ácidos fenólicos, catequinas, epicatequinas, estilbenos), os aminoácidos, as aminas biogênicas, o glicerol e os aditivos conservadores (ácido sórbico) (AUGUSTE, 1979).

Ácido tartárico e málico

Definição

Os ácidos orgânicos fixos e especialmente o tartárico e o málico são constituintes essenciais do mosto e do suco de uva. Esses dois ácidos provêm da uva e os teores evoluem no período de maturação.

Princípio do método

Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (Clae).

Material e equipamento

- Cromatógrafo Líquido marca Perkin-Elmer equipado com um injetor Rheodyne de 20 μL , que funcionou em condições isocráticas.
- Detector de arranjo de diodos a 212 nm de comprimento de onda.
- Coluna MCH-NCAP-5 marca Varian de 15 cm de comprimento por 4,6 mm de diâmetro interno.
- Microseringa de 100 μL .
- Balão volumétrico de 100 mL.
- Pipetas volumétricas de 5 mL e 10 mL.
- Filtro.
- Membrana filtrante de celulose marca Millipore de 0,45 μm .

Reagentes

- Solução de ácido tartárico L(+) a 1,0 g L^{-1} preparada com água ultrapura.

- Solução de ácido málico L(-) a $1,0 \text{ g L}^{-1}$ preparada com água ultrapura.
- Solução de ácido fosfórico (pH 2,5) preparada por meio da diluição de 1,2 mL de ácido fosfórico em um balão de 1 L com água ultrapura.

Condições analíticas

- Fase móvel: solução de água ultrapura e ácido fosfórico (pH 2,5) na proporção de 98,8:1,2 v/v, com vazão de $0,9 \text{ mL min}^{-1}$.
- Temperatura: ambiente.
- Pressão: 100 atmosferas.
- Volume injetado: $20 \mu\text{L}$.
- Detector UV: 212 nm.
- Sensibilidade: 0,5 D.O.

Preparo da amostra

Diluir a amostra de mosto ou de suco de uva a 10% com água ultrapura, homogeneizar e filtrar com membrana de celulose com poros de $0,45 \mu\text{m}$. Injetar no aparelho a amostra assim preparada. O mesmo procedimento é realizado com as soluções padrões dos ácidos tartárico e málico.

A separação dos picos do ácido tartárico e do málico é indicada no cromatograma da Figura 1.

Cálculo da concentração

O teor de ácido tartárico e de ácido málico em g L^{-1} é obtido por meio da comparação da superfície do pico do ácido tartárico da amostra do mosto ou do suco de uva com a superfície do pico das soluções padrões.

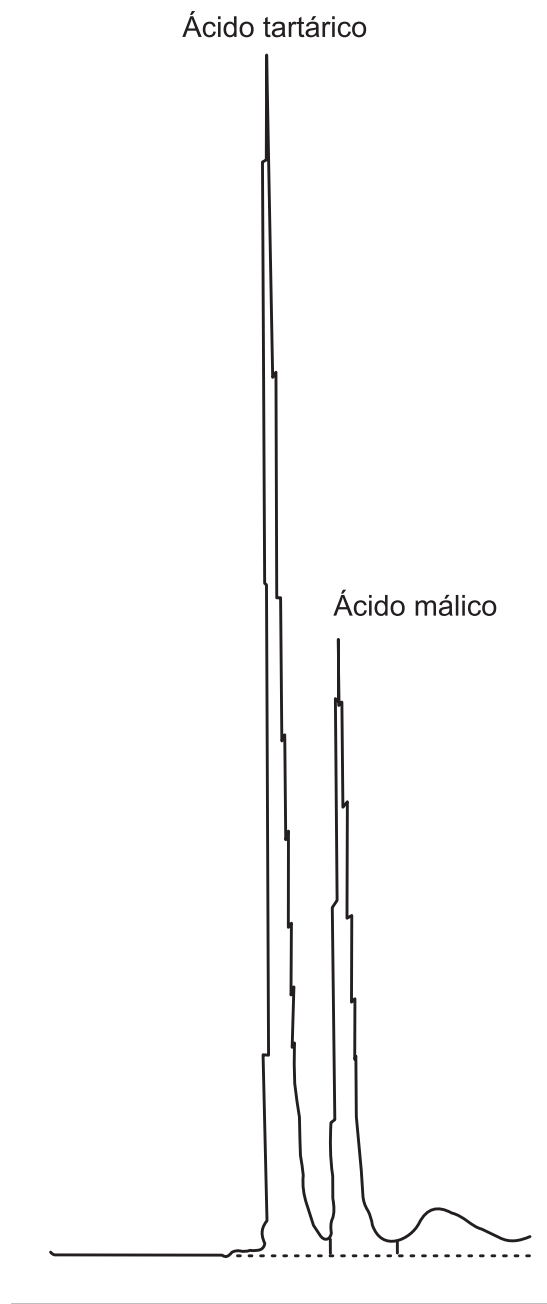


Figura 1. Cromatograma do ácido tartárico e do ácido málico em mosto de uva.

Ácido sórbico

Definição

O ácido sórbico é um ácido graxo insaturado, utilizado como aditivo conservador em suco de uva, em virtude do seu efeito antisséptico.

Princípio do método

Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (Clae).

Material e equipamento

- Cromatógrafo Líquido equipado com um injetor Rheodyne de 20 μL , que funciona em condição isocrática.
- Detector de UV com 254 nm de comprimento de onda.
- Coluna HM 73128-44 marca Varian de 15 cm de comprimento por 4,6 mm de diâmetro interno.
- Microseringa de 100 μL .
- Balão volumétrico de 100 mL.
- Pipetas volumétricas de 1 mL, 2 mL, 5 mL e 10 mL.
- Membrana filtrante em éster de celulose de 0,45 μm .
- Suporte para filtro de 25 mm de diâmetro.

Reagentes

- Solução padrão de ácido sórbico a 200 mg L^{-1} (268 mg L^{-1} de sorbato de potássio) preparada com água ultrapura. A partir dessa solução padrão prepara-se soluções de 10 mg L^{-1} , 20 mg L^{-1} , 30 mg L^{-1} e 40 mg L^{-1} de ácido sórbico para obter a curva padrão.
- Tetra-hidrofurano.
- Metanol.
- Ácido fosfórico.

Condições analíticas

- Fase móvel: solução de metanol, tetra-hidrofurano e ácido fosfórico na proporção de 280:70:1,2, completando o volume para 1 L com água ultrapura, com vazão de 0,7 mL min⁻¹.
- Temperatura: ambiente.
- Pressão: 100 atmosferas.
- Volume injetado: 20 µL.
- Detector UV: 254 nm.
- Sensibilidade: 0,32 D.O.

Preparo da amostra

Diluir a amostra de suco de uva a 10% com água ultrapura, homogeneizar e filtrar com membrana de celulose com poros de 0,45 µm. Injetar no aparelho a amostra assim preparada. O mesmo procedimento deverá ser realizado com a solução padrão de ácido sórbico. O cromatograma do ácido sórbico é mostrado na Figura 2.

Cálculo da concentração

O teor de ácido sórbico em mg L⁻¹ é obtido por meio da comparação da área do pico do ácido sórbico da amostra do suco de uva com a área do pico da solução padrão de ácido sórbico da curva padrão. O resultado do ácido sórbico é expresso em mg L⁻¹. A legislação brasileira permite a adição de no máximo 1,0 g L⁻¹ de aditivos conservantes no suco de uva, dentre os quais o ácido sórbico.

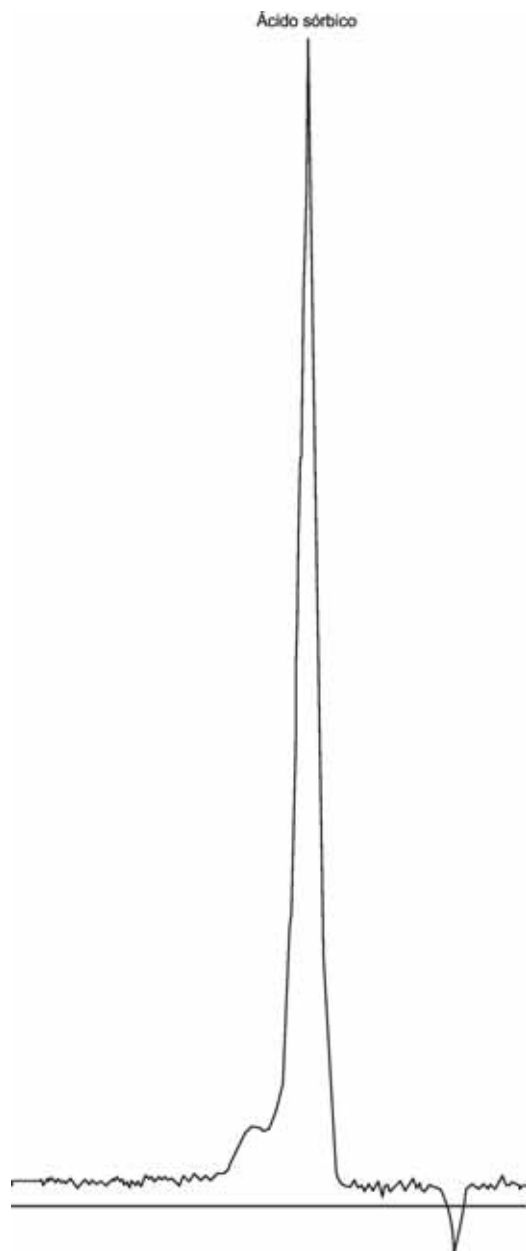


Figura 2. Cromatograma de uma amostra padrão de ácido sórbico.

Referências

- AMERINE, M. A.; OUGH, C. S. **Análisis de vinos y mostos**. Zaragoza: Acríbia, 1974. 158 p.
- ANGELUCCI, E.; CARVALHO, C. R. L.; CARVALHO, P. R. N.; FIGUEIREDO, I. B.; MANTOVANI, D. M. B.; MORAIS, M. R. de. **Análises químicas de alimentos, manual técnico**. Campinas: Ital, 1987. 123 p.
- AUGUSTE, M. H. **Application de la chromatographie en phase liquide à haute pression à l'analyse des moûts et des vins**. 1979. 135 f. Thèse (Doctorat en Enologie-Ampélogie)–Institut d'Oenologie, Université de Bordeaux II, Talence, 1979.
- BLOUIN, J. **Manuel pratique d'analyses des moûts & des vins**. Bordeaux: Chambre d'Agriculture de la Gironde–Service Vigne et Vin, 1977. 205 p.
- GAROGLIO, P. G. **Enciclopedia vitivinicola mondiale**. Firenze: Tellus, 1973. v. 5. 118 p.
- GIANNESSI, P.; MATTA, M. **Trattato di scienza e tecnica enologica: analisi e controllo dei mosti e dei vini**. Brescia: AEB, 1987. v. 1. 349 p.
- LACASTA, F. **Dosage de quelques métaux dans les vins par spectrométrie d'absorption et d'émission de flamme**. Bordeaux: Université de Bordeaux II–Station Agronomique et Oenologique, 1982. 66 p. (Rapport de Stage BTAO).
- OFFICE INTERNATIONAL DE LA VIGNE ET DU VIN. **Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts**. Paris: OIV, 1990. 368 p.
- OHLWEILER, O. A. **Fundamentos da análise instrumental**. Rio de Janeiro: LTC, 1981. 490 p.
- PERKIN-ELMER. **Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry**. Singapura: Perkin-Elmer Instruments, 2000. 300 p.

RIBÉREAU-GAYON, J.; PEYNAUD, E.; RIBÉREAU-GAYON, P.; SUDRAUD, P. **Sciences et techniques du vin**. Paris: Dunod, 1976. v. 1. 676 p.

RIBÉREAU-GAYON, P.; GLORIES, Y.; MAUJEN, A; DUBOURDIEU, D. **Traité d'Oenologie 2**: chimie du vin et traitements. Paris: Dunod, 1998. 519 p.

TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BIASSANI, C. A.; BOHNEN, H.; VOLKWEIS, S. J. **Análises de solo, plantas e outros materiais**. Porto Alegre: Departamento de Solos–Faculdade de Agronomia–UFRGS, 1995. 174 p. (Boletim Técnico, 5).

UNIVERSITÉ DE BORDEAUX II. Institut D'Oenologie. **Cahier de travaux pratiques**. Bordeaux: 1982. 130 p.



Na Livraria Embrapa, você encontra
livros, fitas de vídeo, DVDs e
CD-ROMs sobre agricultura,
pecuária, negócio agrícola, etc.

Para fazer seu pedido, acesse
www.embrapa.br/liv

ou entre em contato conosco

Fone: (61) 3448-4236

Fax: (61) 3448-2494

vendas@sct.embrapa.br

Impressão e acabamento
Embrapa Informação Tecnológica

O papel utilizado nesta publicação foi produzido conforme a certificação da Bureau Veritas Quality International (BVQI) de Manejo Florestal.



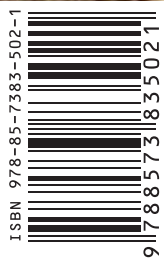
Uva e Vinho

A edição do livro *Metodologia para análise de mosto e suco de uva* tem o objetivo de auxiliar enólogos, estudantes, produtores de suco e demais interessados no processamento agroindustrial da uva, fornecendo a eles informações importantes sobre a metodologia analítica para avaliar a composição e a qualidade do mosto e do suco de uva.

Este livro descreve, de modo simples e objetivo, as metodologias analíticas básicas que informam sobre a composição físico-química do mosto e do suco de uva e cujos parâmetros são necessários para comprovar o seu enquadramento nos padrões de identidade e qualidade estabelecidos pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (Mapa) e para avaliar a sua qualidade, detectar eventuais problemas ocorridos no processamento no suco de uva, e garantir a sua procedência e genuinidade. No caso do mosto, a análise físico-química é exigência para garantir o pagamento do preço mínimo da uva.

Os métodos analíticos propostos neste livro foram selecionados, adaptados e implementados no laboratório de Enoquímica da Embrapa Uva e Vinho, de Bento Gonçalves, RS, e utilizados para avaliar mostos e sucos de uva experimentais, cujos resultados deram suporte para a realização de grande número de projetos de pesquisa e de publicações técnicas, além de atender à demanda externa por análises de mostos e sucos de uva da parte do setor vitivinícola brasileiro.

Ministério da
Agricultura, Pecuária
e Abastecimento



CGPE 8741