

## DOSEAMENTO DO ÁCIDO TARTÁRICO DOS VINHOS POR FLUXO CONTÍNUO SEGMENTADO

A. S. CURVELO-GARCIA e M. C. GODINHO

Estação Vitivinícola Nacional, Dois Portos. 2575 Runa

### RESUMO

Neste trabalho, é apresentado um estudo das características do método de doseamento colorimétrico do ácido L(+)-tartárico em vinhos por fluxo contínuo segmentado, com base nos princípios do método de Rebelein. Para uma cadência de 40 amostras/h e para uma gama de concentrações de 0 a 8 g/dm<sup>3</sup>, estudou-se a linearidade da curva de calibração, a repetibilidade do método e a sua exactidão.

Verificou-se uma muito boa linearidade apenas para concentrações superiores a 3 g/dm<sup>3</sup>, facto que aconselha a uma atenta calibração do processo, para baixas concentrações; nestas condições, o método é aplicável para a generalidade das exigências dos laboratórios de controlo e de investigação.

### INTRODUÇÃO

Battle *et al.* (1978) aplicaram, com sucesso, o fluxo contínuo segmentado ao doseamento do ácido tartárico em mostos e vinhos, com base no princípio do método de Rebelein (1972), utilizando uma gama de concentrações de 0 a 5 g/dm<sup>3</sup> e uma cadência de 30 amostras/h.

Por razões amplamente reconhecidas, a determinação analítica do teor de ácido tartárico em mostos e vinhos assume um papel de relevo quer em laboratórios de controlo quer em laboratórios de investigação vitivinícola, constituindo os métodos automáticos um importante e decisivo meio de generalizar o seu emprego. Importa pois conhecer os seus parâmetros caracterizadores, com base nas configurações dos equipamentos actualmente disponíveis, objecto essencial do presente trabalho.

### MATERIAL E MÉTODOS

*Equipamento de análise automática:* TDF (Technologie Diffusion France), mod. 1987.

- *Princípio do método:* automatização por fluxo contínuo segmentado do método colorimétrico (520 nm) de Rebelein (1972), segundo o diagrama de fluxos apresentado na Fig. 1.
- *Solução ácida de acetato de sódio:* 80 cm<sup>3</sup> de CH<sub>3</sub>COOH + 320 cm<sup>3</sup> de solução de CH<sub>3</sub>COONa a 27 % + 1 cm<sup>3</sup> de Brij 35 (sol. 30 %) + água q.b.p. 1000 cm<sup>3</sup>.
- *Solução de metavanadato de sódio:* 4 g de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> + 150 cm<sup>3</sup> de solução N de NaOH + 200 cm<sup>3</sup> de solução de CH<sub>3</sub>COONa a 27 % + água q.b.p. 500 cm<sup>3</sup>.
- *Cadência de análise:* 40 amostras/h.

*Amostras utilizadas:* vinhos brancos e tintos da EVN (Dois Portos).

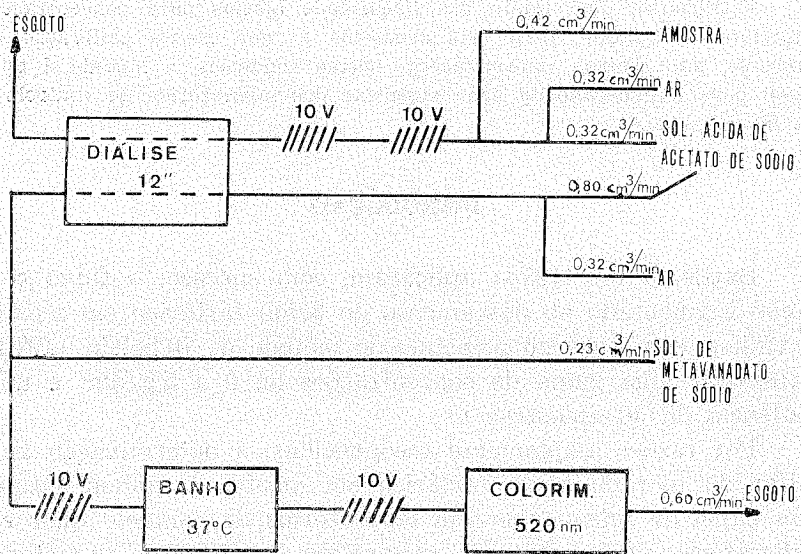


Fig. 1 — Diagrama de fluxos (doseamento colorimétrico do ácido tartárico nos vinhos).

*Diagramme des flux (dosage colorimétrique de l'acide tartrique dans les vins).*

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### *Curva de calibração*

Com soluções de ácido L(+)-tartárico em água de 0 a 8 g/dm<sup>3</sup>, o coeficiente de correlação entre as concentrações e as alturas dos correspondentes picos registados é muito baixo (0,98992), sobretudo se comparado com os referentes a outros parâmetros já estudados por nós (Curvelo-Garcia e Godinho, 1988). Para teores de ácido L(+)-tartárico superiores a 3 g/dm<sup>3</sup>, o coeficiente de correlação obtido é já relativamente elevado (0,99872), pelo que, para essa gama de concentrações, a linearidade da curva de calibração é suficientemente aceitável.

Contudo, na prática analítica é frequente a necessidade de doseamento desta espécie química para teores inferiores a 3 g/dm<sup>3</sup>, donde se tornar indispensável considerar estes casos no processo de calibração.

Sendo  $y$  a altura (em mm) do pico registado e  $x$  a concentração de ácido L(+)-tartárico (em g/dm<sup>3</sup>), a equação que melhor exprime a sua relação, para a gama de concentrações de 1 a 8 g/dm<sup>3</sup>, e nas condições em que trabalhamos (a ajustar pontualmente, em cada caso), é, com uma aproximação inferior a 5 %:

$$y = 1,5 x^2 + 15 x - 7,9.$$

Trata-se de uma relação válida para teores de ácido tartárico englobando a generalidade das situações que se deparam aos referidos laboratórios.

### *Repetibilidade*

Verifica-se uma muito boa repetibilidade de análise (desvios-padrão de 0,3 % a 3,3 % dos valores médios, para 10 a 30 repetições por amostra, e para vinhos com teores de ácido L(+)-tartárico de 1,5 a 6,5 g/dm<sup>3</sup>).

No Quadro I, são indicados os resultados obtidos para dois vinhos (um vinho tinto e um vinho branco) adicionados de 1, 2 e 3 g/dm<sup>3</sup> de ácido L(+)-tartárico — número de repetições, valores médios obtidos por recurso à equação de calibração indicada anteriormente, desvios-padrão e percentagem de «recuperação». Evidencia-se a muito boa repetibilidade do

QUADRO I

Doseamento do ácido L(+)-tartárico nos vinhos (fluxo contínuo)  
*Dosage de l'acide L(+)-tartrique dans les vins (flux continu)*

Amostra	Número de repetições	Valor médio (g/dm <sup>3</sup> )	Desvio-padrão (g/dm <sup>3</sup> )	Recuperação
Vinho tinto (I)	29	1,70	0,05	—
(I) + 1 g/dm <sup>3</sup> ác. tartárico	10	2,64	0,06	94,0 %
(I) + 2 g/dm <sup>3</sup> ác. tartárico	11	3,73	0,01	101,5 %
(I) + 3 g/dm <sup>3</sup> ác. tartárico	10	4,81	0,03	103,7 %
Vinho branco (II)	20	2,36	0,03	—
(II) + 1 g/dm <sup>3</sup> ác. tartárico	5	3,35	0,02	99,9 %
(II) + 2 g/dm <sup>3</sup> ác. tartárico	12	4,44	0,04	104,0 %
(II) + 3 g/dm <sup>3</sup> ác. tartárico	11	5,55	0,08	106,3 %

método, já anteriormente assinalada (com desvios-padrão entre 0,3 e 2,9 % do respectivo valor médio). As recuperações obtidas, situadas entre 94,0 % e 106,3 %, indicam uma também muito boa e assinalável exactidão do método.

**CONCLUSÕES**

O método colorimétrico de Rebelein para o doseamento do ácido L(+)-tartárico em vinhos é aplicável às técnicas de fluxo contínuo segmentado, com uma cadência de 40 amostras/h, para a generalidade das exigências dos laboratórios de controlo e de investigação. É indispensável uma cuidadosa calibração do processo analítico: nas condições em que se desenvolveu este estudo, a relação entre a concentração de ácido L(+)-tartárico x

(expressa em  $\text{g}/\text{dm}^3$ ) e a altura do respectivo pico registado  $y$  (em mm) é definida pela equação  $y = 1,5 x^2 + 15 x - 7,9$ .

Nestas condições, a repetibilidade é muito boa (desvios-padrão inferiores a 3,5% dos valores médios), bem como a exactidão (recuperações entre 94,0% e 106,3%).

### AGRADECIMENTOS

Agradece-se os apoios financeiros das Secções de Aromas, Microbiologia e Polifenóis do Departamento de Enologia da EVN, do Departamento de Viticultura da EVN e da Unidade de Taxonomia Numérica da EAN.

### RÉSUMÉ

#### **Dosage de l'acide tartrique des vins par flux continu segmenté**

Les auteurs ont étudié les caractéristiques de la méthode du dosage colorimétrique de l'acide L(+)-tartrique des vins par flux continu segmenté, basée à la méthode de Rebelein. Pour une cadence de 40 échantillons/h et concentrations de 0 à  $8 \text{ g}/\text{dm}^3$ , on a étudié la linéarité de la courbe d'étalonnage, la répétabilité et l'exactitude de la méthode.

On a vérifié une très bonne linéarité seul pour des concentrations supérieures à  $3 \text{ g}/\text{dm}^3$ , ce qui conseille une étalonnage précise pour les faibles concentrations; dans cette conditions, la méthode est applicable pour les principales exigences des laboratoires de contrôle et de recherche.

### SUMMARY

#### **Wine tartaric acid determination in continuous flow**

It was studied the characteristics of the automatic method (continuous flow) for the analysis of the L(+)-tartaric acid in wines, based in the Rebelein's method. With a cadence of 40 samples/h and 0 to  $8 \text{ g}/\text{dm}^3$  tartaric acid content, it was studied the linearity of the calibration curve, the repeatability and the exactitude.

The linearity is only very good for the tartaric acid contents higher than  $3 \text{ g}/\text{dm}^3$ ; so it is very important the calibration of the method for the smaller tartaric acid contents. In these conditions, the method is applied to the principal exigencies of the control and research laboratories.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Battle, J.-L.; R. Joubert; Y. Collon e C. Jouret

1978 Utilisation du flux continu pour le dosage colorimétrique de l'acide tartrique dans les moûts de raisin et les vins par la méthode de Rebelein. *Ann. Fals. Exp. Chim.*, **71** (764): 155-158.

Curvelo-Garcia, A. S. e M. C. Godinho

1988 A Automatização da análise de vinhos por fluxo contínuo segmentado. Comunic. 2.12 a *III Encontro Galego-Portugues de Quimica* (Control de Calidad), Vigo.

Rebelein, H.

1972 Dosage rapide de l'acide tartrique. Feuillet vert de l'OIV, 431.