

NCTA DE LABORATÓRIO

DETERMINAÇÃO DO 2-FENIL-ETANOL EM VINHOS POR CROMATOGRÁFIA EM FASE GASOSA

M. C. CLÍMACO

(Estação Vitivinícola Nacional. Dois Portos. Portugal)

Com a colaboração técnica de

R. M. BELCHIOR

RESUMO

Estudo de um método para determinação do 2-fenil-etanol por cromatografia em fase gasosa. Neste método utiliza-se uma coluna de FFAP de 2 m em aço inóx e como padrão interno uma solução de 3-fenil-1-propanol. É feito o estudo da reprodutibilidade e da percentagem de recuperação.

INTRODUÇÃO

O doseamento do 2-fenil-etanol em vinhos por injeção directa no cromatógrafo, apresenta algumas dificuldades, devido ao diminuto teor deste álcool nos vinhos (20 a 60 mg/l).

Em 1975 Bertrand propõe a utilização de uma coluna de FFAP de 2 m à temperatura de 140° C utilizando como padrão interno o dodecanol-1.

Neste trabalho estudámos o doseamento do 2-fenil-etanol numa coluna de FFAP de 2 m a 170° C e utilizando como padrão interno o 3-fenil-1-propanol.

MATERIAL E MÉTODOS

Na análise cromatográfica utilizou-se um cromatógrafo Perkin-Elmer Sigma 3 equipado com detector de ionização de chama e uma coluna em aço inóx de 5% de FFAP sobre chromósorb G AW-DMCS 80-100 mesh de 2 m de comprimento e 1/8" de diâmetro, à temperatura de 170° C.

A solução padrão contém 51,5 mg/l de 2-fenil-etanol em solução hidroalcoólica a 10 % e a solução padrão interno contém 606,6 mg/l de 3-fenil-1-propanol em solução hidroalcoólica a 50 %.

A 10 ml do vinho e a 10 ml da solução padrão adiciona-se 1 ml da solução padrão interno e procede-se à análise cromatográfica.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Estudo de reprodutibilidade

Estudou-se a reprodutibilidade deste método fazendo a análise de 10 amostras do mesmo vinho, calculou-se a média \bar{x} ; o desvio padrão σ e o coeficiente de variação Z expresso em percentagem, que indica o intervalo $100 \pm Z$ no qual há 95 % de hipóteses de encontrar o resultado. Este coeficiente é calculado fazendo intervir o factor de Student $t_{0,05}$ e é dado pela seguinte expressão:

$$z_{t\ 0,05} = \frac{S_m t_{0,05}}{\bar{X}} 100$$

Sendo $S_m = \frac{\sigma}{n-1}$ o desvio padrão à média.

Os resultados do estudo da reprodutibilidade deste método apresentam-se no Quadro I.

Da análise do Quadro I verifica-se que este método tem uma excelente reprodutibilidade (coeficiente da variação inferior a 3 %).

Determinação de quantidades crescentes duma solução sintética de 2-fenil-etanol adicionadas ao mesmo vinho

Apresenta-se no Quadro II os resultados da adição de quantidades crescentes duma solução sintética de 2-fenil-etanol a um mesmo vinho.

Da observação do Quadro II conclui-se que este método permite percentagens de recuperação da ordem de 99 %.

QUADRO I

Estudo da reprodutibilidade da determinação do 2-fenil-etanol (h — altura do pico de 2-fenil-etanol em mm; i — altura do pico do padrão interno em mm)

Etude de la reproductibilité du dosage du 2-fenil-ethanol (h — hauteur du pic du 2-phényl-ethanol em mm; i — hauteur du pic de l'étalon interne)

Amostra	h/i
1	0,83
2	0,84
3	0,79
4	0,78
5	0,86
6	0,83
7	0,79
8	0,82
9	0,82
10	0,83
\bar{X}	0,82
σ	0,025
Sm	0,008
$Z_{t 0,05} (\%)$	2,21

QUADRO II

Determinação de quantidades conhecidas de 2-fenil-etanol adicionadas ao mesmo vinho

Determination de quantités connues de 2-phényl ethanol rajoutées au même vin

Concentração inicial do vinho (mg/l)	Quantidade adicionada (mg/l)	Concentração teórica (mg/l)	Concentração encontrada (mg/l)	% recuperação
43,9	18,5	62,4	61,8	98,9
43,9	45,4	89,3	88,4	99,0

CONCLUSÕES

Trata-se de um método de determinação do 2-fenil-etanol em vinhos por cromatografia em fase gasosa que possui uma reprodutibilidade e uma percentagem de recuperação muito boas.

RÉSUMÉ

Dosage du 2-phényl-ethanol dans les vins par chromatographie en phase gazeuse

Étude d'une méthode pour le dosage du 2-phényl-ethanol par chromatographie en phase gazeuse, dans cette méthode on utilise une colonne de FFAP de 2 m en acier inox et comme étalon interne une solution de 3-phényl-1-propanol. On fait l'étude de la reproductibilité et de la pourcentage de recuperation.

SUMMARY

2-Phenyl-ethanol determination in wine by gas chromatography

Study of a method for the determination of 2-phenyl-ethanol by gas chromatography. In this method we have used a 2 m stainless steel column of FFAP and as internal standard a 3-phenyl-1-propanol solution. We have studied the reproducibility and the recovery percentage.

BIBLIOGRAFIA

Bertrand, A.

1975 Recherches sur l'analyse des vins par chromatographie en phase gazeuse. Thèse d'Etat. Université de Bordeaux II.