

DETERMINATION OF COBALT IN WINE AND MUST BY ELECTROTHERMAL ATOMIZATION ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY: ANALYTICAL METHOD DEVELOPMENT AND VALIDATION

DETERMINAÇÃO DE COBALTO EM VINHO E MOSTO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM ATOMIZAÇÃO ELECTROTÉRMICA. DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE

S. Catarino^{1,2*}, A. Neves^{1,2}, R. Bruno de Sousa²

¹Instituto Nacional de Recursos Biológicos, I.P. /INIA - Dois Portos, 2565-191 Dois Portos

²Instituto Superior de Agronomia, Departamento de Química Agrícola e Ambiental, Universidade Técnica de Lisboa, Tapada da Ajuda, 1349-017 Lisboa.

*Corresponding author: cvn.sofia.catarino@mail.net4b.pt

(Manuscrito recebido em 05.10.09. Aceite para publicação em 19.11.09)

SUMMARY

An electrothermal atomization atomic absorption spectrometry method was optimized to quantify cobalt in musts and wines, especially within quality control scope. As far as wine samples are concerned, the method involves reduced risk of contamination by eliminating prior treatment other than dilution (1:2). For must samples a pre-treatment is needed, in order to destroy the organic matter that could interfere with the analytical determination. A conventional thermal program (with pyrolysis step), with and without matrix modifier [Mg(NO₃)₂], was developed and optimized. Pyrolysis and atomization curves were studied using a Co standard solution, must and wine samples. The analytical figures of merit of the method such as linearity of the calibration curve, specificity (standard additions test), accuracy, analytical limits and precision were studied using wine samples. The linear dynamic range under optimized conditions was 0.4-10.0 µg/L. The recoveries were between 87% and 98% for all of the wines and addition levels used in the test. The method presents a very satisfactory specificity for red wines, while matrix effect was observed for white wines. The limit of detection in undiluted wines was 0.8 µg/L. Repeatability was lower than 0.7 µg/L (RSD < 5%). For accuracy evaluation, Co content in six wine samples and one Co standard solution, from an international collaborative trial, was determined by ETAAS and ICP-MS with comparable results (in general the differences were lower than 5%). Bearing in mind that must samples are previously digested, it is expected that the method performance parameters are at least as favourable as those observed with wines.

RESUMO

Apresenta-se a optimização de um método de análise para a determinação de cobalto, em mostos e vinhos, por espectrofotometria de absorção atômica com atomização electotérmica. A preparação das amostras de vinho consiste na sua diluição (1:2), pelo que o risco de contaminação é reduzido. No caso das amostras de mosto, é necessário eliminar previamente a matéria orgânica, susceptível de causar interferências na determinação analítica. Foi optimizado um programa térmico convencional (com etapa de pirólise), com e sem adição de modificador de matriz [Mg(NO₃)₂]. As curvas de pirólise e de atomização foram estabelecidas com recurso a uma solução padrão de Co, mosto e vinho tintos. Foram avaliadas as seguintes características do método: linearidade da curva de calibração, especificidade (teste das adições de padrão), exactidão, limites analíticos e precisão. A gama de trabalho do método é de 0.4 a 10.0 µg/L. As taxas de recuperação variaram entre 87% e 98%, para todos os vinhos e níveis de adição utilizados no teste. A especificidade do método é bastante satisfatória para vinhos tintos, tendo sido verificada a existência de efeito de matriz nos vinhos brancos. A quantidade mínima de analito doseável em vinhos é de 0,8 µg/L e o valor da repetibilidade inferior a 0,7 µg/L (CV < 5%). A exactidão do método foi avaliada por comparação de resultados analíticos obtidos por aplicação do método proposto (ETAAS) e de um método ICP-MS, a amostras originárias de um ensaio colaborativo internacional. As diferenças observadas foram, em geral, inferiores a 5%. É de admitir que as características do método (com excepção da praticabilidade), quando aplicado a mosto, sejam no mínimo tão favoráveis quanto aquelas observadas na sua aplicação a vinhos, uma vez que as amostras de mosto são previamente mineralizadas.

Key words: wine, cobalt, analytical method validation, electrothermal atomization atomic absorption spectrometry

Palavras-chave: vinho, cobalto, validação do método de análise, espectrofotometria de absorção atômica com atomização electotérmica