



UTILIZAÇÃO DE CARTAS DE CONTROLO EM LABORATÓRIO DE CONTROLO DE QUALIDADE DE AGUARDENTES

Rui Pedro Mendes Cardoso Martins

Orientadores:

Ofélia Maria Serralha dos Anjos

Ilda Maria Justino Caldeira

Relatório de estágio apresentado ao Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção da licenciatura de Engenharia Biológica e Alimentar, realizado sob a orientação científica da Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos, Professor adjunto do Departamento da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco e co orientação da Doutora Ilda Maria Justino Caldeira, Investigadora Auxiliar do INIAV – Dois Portos

Novembro, 2013

Agradecimentos

A realização deste trabalho só foi possível através do contributo pessoal e profissional de várias pessoas às quais desejo manifestar o meu agradecimento.

Em primeiro, um especial agradecimento à Doutora Ofélia Anjos e à Doutora Ilda Caldeira, na qualidade de minhas orientadoras, pela disponibilidade e paciência que sempre demonstraram pela minha pessoa e, ainda, pelo apoio e conhecimentos que me transmitiram ao longo do estágio que me proporcionou as condições indispensáveis à realização deste trabalho.

À minha mãe e irmão, que sempre me apoiaram em todas as decisões até aqui tomadas, nesta nova experiência e na realização deste trabalho. Um muito obrigada a todos. Sabem que são muito importantes para mim.

A todos os meus amigos, em especial à Daniela Nunes, João Cunha, Cláudia Belo, João Lavado, Tânia Bernardo, André Delgado, Mariana Beirão, Pedro Gonçalves, João Belo, Ana Pires, Ana Rita Lourenço, Mariana Mateus, a toda a minha turma como quem passei três anos e a todos aqueles que não referi mas que também eles contribuíram directa ou indirectamente para a realização deste trabalho, que me deram apoio incondicional e verdadeiro, pela compreensão e pela força que me deram ao longo do curso e do estágio.

A toda a minha família por todo o orgulho e força que demonstraram ao longo do curso.

Muito Obrigado!

UTILIZAÇÃO DE CARTAS DE CONTROLO EM LABORATÓRIO DE CONTROLO DE QUALIDADE DE AGUARDENTES

Rui Pedro Mendes Cardoso Martins

Palavras-chave: Aguardente; Cartas de controlo; Compostos voláteis; Controlo da qualidade; Repetibilidade

Resumo

No laboratório de análise deve estar sempre presente todo o procedimento para um controlo de qualidade dos resultados. As cartas de controlo estatístico da qualidade podem ser uma ferramenta útil neste processo.

A aguardente é uma bebida espirituosa obtida pela destilação de sumos de frutos, cereais e outras substâncias de natureza vegetal. A aguardente vínica é uma bebida que se obtém da destilação a menos de 80% (v/v) de vinho ou de vinho aguardentado destinado à destilação. A aguardente bagaceira, ou bagaço de uva, é uma bebida obtida apenas de bagaço de uvas fermentadas e destiladas, quer por vapor de água quer após adição de água.

Neste trabalho testaram-se vários tipos de cartas de controlo para os compostos etanal, acetato de etilo, metanol, 2-butanol, 1-propanol, 2-metil-1-propanol, 2-propeno-1-ol, 1-butanol, 4-metil-1-pentanol e 2+3-metil-1-butanol, em aguardentes vínicas e bagaceiras.

Foram analisados resultados de 109 amostras de aguardente vínica e 34 amostras de aguardente bagaceira.

Foi determinada a repetibilidade dos compostos em estudo através da metodologia descrita no protocolo da edição 2005 “Recueil des méthodes de Analyse” da OIV. Nos resultados obtidos da repetibilidade obtiveram-se boas repetibilidades com valores inferiores a 5, valor este estipulado como base.

Foram testadas algumas cartas de controlo concluindo-se que as cartas das médias móveis com período de 3 – tendo a base nos valores obtidos do cálculo da média do coeficiente de variação, com a respectiva carta de amplitudes do coeficiente de variação – seriam as mais apropriadas para o estudo visto que a carta de médias não era relevante para algumas determinações analíticas, uma vez que não tem limite legal.

A implementação das referidas cartas móveis revela-se de extrema importância no controlo da qualidade. O método utilizado é simples e de fácil concretização.

USE OF CONTROL CHART LABORATORY QUALITY CONTROL OF SPIRITS

Rui Pedro Mendes Cardoso Martins

Keywords: Spirits; Control charts; Volatile compounds; Quality control; Repeatability

Abstract

When analyzing spirits, in laboratory, one should always have in mind the procedure for quality control of results. The statistic control charts can be a useful tool in this process.

Spirit (or brandy) is a spirituous beverage obtained from the distillation of fruit juices, cereals and other substances of plant origin. Wine spirit is a beverage obtained at less than 80% (a/v) of wine, or fortified wine, for distillation. Grape marc spirit, or wine bagasse, is a beverage obtained only from the bagasse of fermented and distilled grapes, whether through water steam or by adding water.

In this case study, several types of control charts were tested in etanal, ethyl acetate, methanol, 2-butanol, 1-propanol, 2-methyl-1propanol, 2-propene-1-ol, 1-butanol, 4-methyl-1-pentanol compounds and 2+3-methyl-1-butanol compounds, in grape marc and wine sipirits.

109 sample of wine spirits and 34 samples of grape marc spirits were analysed.

The repeatability of the compounds in study was determined through the method described in the 2005 edition protocol "Recueil des méthodes de Analyse" of OIV. Good repeatabilities were obtained in the repeatability results, with values under 5, which was defined as base value.

After testing several control charts one concludes that the moving average control charts – having a basis in the obtained values of the estimated average of the variation rate, with its amplitude chart of the variation rate - would be the most efficient ones for the study, since the average chart was not relevant for some analytical determinations, because it has no legal limit.

Implementing the referred moving charts is extremely important in quality control. The method is simple and easy to execute.

Índice Geral

1. Introdução.....	1
2. Aguardentes	2
2.1 Envelhecimento das Aguardentes em madeira	3
2.2. Compostos presentes nas aguardentes.....	4
2.2.1 Etanal.....	4
2.2.2 Acetato de etilo	4
2.2.3 Metanol	4
2.2.4 Álcoois Superiores.....	5
2.3. Cartas de Controlo.....	5
2.4. Repetibilidade.....	7
3. Material e métodos.....	7
3.1 Amostragem	7
3.2 Cálculo da repetibilidade.....	7
3.3 Cartas de Controlo.....	8
3.3.1 Cartas de Controlo de médias móveis.....	8
4. Resultados e discussão.....	9
4.1 Determinação da repetibilidade	9
4.2 Elaboração das Cartas de Controlo.....	10
4.2.1 – Etanal	10
4.2.2 – Acetato de Etilo	13
4.2.3 – Metanol.....	15
4.2.4 – 2-butanol.....	17
4.2.5 – 1-propanol.....	19
4.2.6 – 2-metil-1-propanol	21
4.2.7 – 1-butanol.....	23
4.2.8 – 2+3-metil-1-butanol.....	25
5. Discussão e conclusão	27
6. Referências Bibliográficas	29

Índice de figuras

Figura 1 - Carta de Controlo para a Média do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro etanal avaliado em aguardentes vónicas.....	11
Figura 2 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro etanal avaliado em aguardentes vónicas	11
Figura 3 - Carta de Controlo para a Média do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro etanal avaliado em aguardentes bagaceiras	12
Figura 4 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro etanal avaliado em aguardentes bagaceiras.....	12
Figura 5 - Carta de Controlo para a Média do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro acetato de etilo avaliado em aguardentes vónicas	13
Figura 6 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro acetato de etilo em aguardentes vónicas	13
Figura 7 - Carta de Controlo para a Média do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro acetato de etilo avaliado em aguardentes bagaceiras	14
Figura 8 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observado entre réplicas para o parâmetro acetato de etilo avaliado em aguardentes bagaceiras.....	14
Figura 9 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro metanol avaliado em aguardentes vónicas	15
Figura 10 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro metanol avaliado em aguardentes vónicas	15
Figura 11 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro metanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	16
Figura 12 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro metanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	16
Figura 13 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-butanol avaliado em aguardentes vónicas	17
Figura 14 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-butanol avaliado em aguardentes vónicas.....	17
Figura 15 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-butanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	18
Figura 16 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-butanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	18
Figura 17 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-propanol avaliado em aguardentes vónicas	19

Figura 18 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-propanol avaliado em aguardentes vónicas	19
Figura 19 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-propanol avaliado em aguardentes bagaceiras	20
Figura 20 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-propanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	20
Figura 21 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-metil-1-propanol avaliado em aguardentes vónicas.....	21
Figura 22 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-metil-1-propanol avaliado em aguardentes vónicas.....	21
Figura 23 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-metil-1-propanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	22
Figura 24 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2-metil-1-propanol avaliado em aguardentes bagaceiras	22
Figura 25 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-butanol avaliado em aguardentes vónicas.....	23
Figura 26 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-butanol avaliado em aguardentes vónicas	23
Figura 27 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-butanol avaliado em aguardentes bagaceiras	24
Figura 28 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 1-butanol avaliado em aguardentes bagaceiras.....	24
Figura 29 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2+3-metil-1-butanol avaliado em aguardentes vónicas	25
Figura 30 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2+3-metil-1-butanol avaliado em aguardentes vónicas.....	25
Figura 31 - Carta de Controlo para o Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2+3-metil-1-butanol avaliado em aguardentes bagaceiras	26
Figura 32 - Carta de Controlo para a Amplitude do Coeficiente de Variação observada entre réplicas para o parâmetro 2+3-metil-1-butanol avaliado em aguardentes bagaceiras	26