



AJUSTAMENTO DE TÉCNICAS DE CONTROLO DE QUALIDADE PARA ANÁLISES DE ROTINA DE VINHOS

Márcia Filipa Lopes Fernandes

Orientadores

Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos

Doutora Ilda Caldeira

Relatório de Estágio apresentado ao Instituto Politécnico de Castelo Branco apresentado à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção da licenciatura de Engenharia Biológica e Alimentar, realizada sob a orientação científica da Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos, Professor adjunto da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco e da Doutora Ilda Caldeira, Investigadora Auxiliar do Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária (INIAV), Dois Portos.

Outubro 2013

Agradecimentos

Concluído este trabalho, gostaria de exprimir os meus sinceros agradecimentos a todos aqueles que, directa ou indirectamente, contribuíram para a sua realização, pois sem eles não teria sido possível.

Quero agradecer ao Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária (INIAV) de Dois Portos, que me disponibilizou as condições necessárias à realização do estágio.

À Doutora Ofélia Anjos e Doutora Ilda Caldeira, na qualidade de orientadoras, agradeço a disponibilidade, o empenho, o carinho, a paciência e a orientação, assim como as críticas e todos os conhecimentos transmitidos ao longo do estágio.

À Amélia Soares e à Deolinda Mota por todo o apoio e ajuda manifestada durante a realização do estágio no laboratório central do INIAV.

Aos meus pais e irmão por tudo aquilo que têm feito por mim, pelo apoio incondicional, compreensão e carinho, por todo o orgulho e força que demonstraram ao longo da minha vida de estudante.

Ao meu namorado, pela atenção, apoio, carinho, força e orgulho manifestado ao longo destes anos.

A todos os meus amigos, que sempre me acompanharam nos bons e maus momentos, em especial “à família do lote 112”.

Muito obrigado a todos!

AJUSTAMENTO DE TÉCNICAS DE CONTROLO DE QUALIDADE PARA ANÁLISES DE ROTINA DE VINHOS

Márcia Filipa Lopes Fernandes

Palavras chave

Controlo de Qualidade Interno, cartas de controlo, vinhos.

Resumo

O presente trabalho decorreu num laboratório de análises de vinhos e teve como finalidade implementar um sistema de controlo interno da qualidade para algumas determinações analíticas em vinhos.

O ajustamento das técnicas de Controlo estatístico da qualidade laboratorial foi efetuado com resultados de ensaios relativos a vinhos brancos, tintos e rosés no período de 2008 a 2012. As análises consideradas foram relativas à acidez total, acidez volátil, açúcares redutores e teor alcoólico.

A abordagem proposta como complementar ao sistema de controlo de qualidade, tradicionalmente utilizado no laboratório, envolve a aplicação sequencial de diferentes ferramentas estatísticas, mostrou-se válida e útil para uma avaliação efectiva do desempenho do método e da estabilidade desse desempenho ao longo do tempo.

Este sistema permite agilizar os processos analíticos referidos, fornecendo uma avaliação e interpretação facilitada e rápida dos testes da qualidade, bem como contribui para a redução de registos menos fiáveis devido à possibilidade de erros humanos.

Foram detectados alguns valores de coeficiente de variação que fugiram aos limites seleccionados para o controlo de qualidade laboratorial, que corresponderão, em ensaios futuros à necessidade de repetição da determinação.

Globalmente verificou-se que a maioria dos resultados apresenta consistência estatística comprovando a solidez dos resultados obtidos pelo laboratório.

ADJUSTMENT OF TECHNICAL ANALYSIS FOR QUALITY CONTROL ROUTINE OF WINES

Márcia Filipa Lopes Fernandes

Keywords

Internal Quality Control, control charts, wines.

Abstract

This study took place at the Central Laboratory of the INIA-Dois Portos and was aimed to develop a system of internal quality control in the determination of some parameters in wines.

The adjustment of the techniques of statistical quality control laboratory was performed with data from laboratory records, wines bottled whites, reds and rosés in the period 2008-2012. The analyzes were considered for the total acidity, volatile acidity, reducing sugar and alcohol content.

The proposed approach as complementary to the quality control system, traditionally used in the laboratory involves the sequential application of different statistical tools, proved to be valid and useful for effective performance evaluation method of this performance and stability over time.

This system allows faster analytical processes mentioned interpretation and review by providing an easy and quick test of the quality and contributes to the reduction of reports less reliable due to the possibility of human error.

Were we detected some values of the Coefficient of Variation that fled to the limits selected for the quality control laboratory, which correspond in future trials need to repeat the determination.

Overall it was found that the most consistent results presented demonstrating the robustness of the statistical results obtained from the laboratory.

Índice

Introdução.....	1
1. Controlo de Qualidade	1
1.1 Controlo de Qualidade Interno para Laboratórios	2
1.2 Cartas de Controlo.....	3
2. Material e Métodos.....	4
2.1 Determinações Analíticas	4
2.1.1 Acidez Total.....	5
2.1.2 Acidez Volátil	5
2.1.3 Teor Alcoólico.....	6
2.1.4 Teor de Açúcares redutores	7
2.2 Ferramentas de análise.....	7
2.2.1 Controlo de Qualidade Interno	7
2.2.1.1 Repetibilidade.....	7
2.2.1.2 Cartas de Controlo	8
3. Resultados e Discussão.....	9
3.1 Acidez Total.....	9
3.2 Acidez Volátil.....	16
3.3 Teor Alcoólico	22
3.4 Açúcares redutores.....	27
4. Conclusões.....	33
Bibliografia.....	34
ANEXOS	36
ANEXO I - ACIDEZ TOTAL	36
ANEXO II - ACIDEZ VOLÁTIL.....	39
ANEXO III - TEOR ALCOOLICO	45
ANEXO IV - AÇUCARES REDUTORES	50

Índice de figuras

Figura 1 - Titulação de uma amostra de vinho branco; 1a - antes da titulação; 1b - após titulação.	5
Figura 2 - Destilação - aparelho Casenave; Figura 3 - Titulação colorimétrica, titulação com hidróxido de sódio (NaOH N/10), primeiro ponto de viragem (coloração rosa pálido); 3a - titulação com solução de iodo, segundo ponto de viragem (coloração azul); 3b - solução saturada de bórax (coloração rosa pálido); 3c - titulação com solução de iodo (coloração azul). Fonte: própria	6
Figura 4 - Destilação de uma amostra de vinho branco.....	6
Figura 5 - Densímetro Antoon-Paar	6
Figura 6 - Fluxo contínuo segmentado - aparelho Skalar.	7
Figura 7 - Coeficiente de variação para a acidez total para vinhos brancos (n=146).....	9
Figura 8 - Coeficiente de variação para a acidez total para vinhos tintos (n=506).....	10
Figura 9 - Coeficiente de variação para a acidez total para vinhos rosés (n=47).....	10
Figura 10 - Caracterização das amostras: análise de extremos e/ou outliers, acidez total para vinhos brancos, tintos e rosés. (Mean: Média; Mean±SD: Média±Desvio padrão; Min-Máx: Mínimo-Máximo; Outliers: Pontos fora; Extremes: Extremos).....	11
Figura 11 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=50).....	12
Figura 12 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=146).....	12
Figura 13 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=50).....	13
Figura 14 - Carta de controlo de coeficientes de variação Levey-jennings para vinhos brancos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=146).....	13
Figura 15 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos (n=506).....	15
Figura 16 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés (n=47).....	16
Figura 17 - Coeficiente de variação para a acidez volátil para vinhos brancos (n=145).....	17
Figura 18 - Coeficiente de variação para a acidez volátil para vinhos tintos (n=507).....	17
Figura 19 - Coeficiente de variação para a acidez volátil para vinhos rosés (n=48).....	18
Figura 20 - Caracterização das amostras: análise de extremos e/ou outliers, acidez volátil para vinhos brancos, tintos e rosés. (Mean: Média; Mean±SD: Média±Desvio padrão; Min-Máx: Mínimo-Máximo; Outliers: Pontos fora; Extremes: Extremos).....	18
Figura 21 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos (n=145).....	20
Figura 22 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos (n=507).....	21
Figura 23 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés (n=48).....	22
Figura 24 - Coeficientes de variação para o teor alcoólico para vinhos brancos (n=119).....	23
Figura 25 - Coeficientes de variação para o teor alcoólico para vinhos tintos (n=188).....	23
Figura 26 - Coeficientes de variação para o teor alcoólico para vinhos rosé (n=49).....	24
Figura 27 - Caracterização das amostras: análise de extremos e/ou outliers, teor alcoólico para vinhos brancos, tintos e rosés. (Mean: Média; Mean±SD: Média±Desvio padrão; Min-Máx: Mínimo-Máximo; Outliers: Pontos fora; Extremes: Extremos).....	24
Figura 28 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos (n=119).....	25
Figura 29 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos (n=188).....	26
Figura 30 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés (n=49).....	27
Figura 31 - Coeficientes de variação para o teor de açúcares para vinhos brancos (n=143).....	28
Figura 32 - Coeficientes de variação para o teor de açúcares para vinhos tintos (n=507).....	28
Figura 33 - Coeficientes de variação para o teor de açúcares para vinhos rosé (n=49).....	29
Figura 34 - Caracterização das amostras: análise de extremos e/ou outliers, teor de açúcares para vinhos brancos, tintos e rosés. (Mean: Média; Mean±SD: Média±Desvio padrão; Min-Máx: Mínimo-Máximo; Outliers: Pontos fora; Extremes: Extremos).....	29
Figura 35 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos (n=143).....	31
Figura 36 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos (n=507).....	31
Figura 37 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés (n=49).....	32
Figura A 1 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=71).....	36

Figura A 2 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=506).....	37
Figura A 3 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=71).....	37
Figura A 4 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=23).....	38
Figura A 5 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés com todos os valores recolhidos no laboratório (n=47).....	38
Figura A 6 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=23).....	39
Figura A 7 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=57).....	40
Figura A 8 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=145).....	40
Figura A 9 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=57).....	41
Figura A 10 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=67).....	41
Figura A 11 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=507).....	42
Figura A 12 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=67).....	43
Figura A 13 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=25).....	43
Figura A 14 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés com todos os valores recolhidos no laboratório (n=48).....	44
Figura A 15 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=25).....	44
Figura A 16 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=48).....	45
Figura A 17 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=119).....	46
Figura A 18 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=48).....	46
Figura A 19 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=56).....	47
Figura A 20 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=188).....	47
Figura A 21 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=56).....	48
Figura A 22 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=25).....	48
Figura A 23 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés com todos os valores recolhidos no laboratório (n=49).....	49
Figura A 24 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=25).....	49
Figura A 25 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=41).....	50
Figura A 26 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos brancos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=143).....	51
Figura A 27 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos brancos para determinação dos limites de controlo (n=41).....	51
Figura A 28 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=84).....	52
Figura A 29 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos tintos com todos os valores recolhidos no laboratório (n=506).....	52

Figura A 30 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos tintos para determinação dos limites de controlo (n=84).....	53
Figura A 31 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=26).....	53
Figura A 32 - Carta de controlo de amplitudes Levey-jennings para vinhos rosés com todos os valores recolhidos no laboratório (n=49).....	54
Figura A 33 - Carta de controlo de coeficientes de variação para vinhos rosés para determinação dos limites de controlo (n=26).....	54

Índice de tabelas

Tabela 1 - Número de amostras analisadas por cada tipo de vinho e para cada determinação analítica.....	8
Tabela 2 - Equações para cálculo dos limites de controlo.....	8
Tabela 3 - Caracterização das amostras para acidez total.....	9
Tabela 4 - Resumo das cartas para acidez total.....	14
Tabela 5 - Caracterização das amostras para acidez volátil.....	16
Tabela 6 - Resumo das cartas para acidez volátil.....	19
Tabela 7 - Caracterização das amostras para o teor alcoólico.....	22
Tabela 8 - Resumo das cartas para teor alcoólico.....	25
Tabela 9 - Caracterização das amostras para o teor de açúcares.....	27
Tabela 10 - Resumo das cartas para açúcares redutores.....	30
Tabela A 1 - Resultados obtidos pelas cartas de controlo para acidez total.....	36
Tabela A 2 - Resultados obtidos pelas cartas de controlo para acidez volátil.....	39
Tabela A 3 - Resultados obtidos pelas cartas de controlo para teor alcoólico.....	45
Tabela A 4 - Resultados obtidos pelas cartas de controlo para açúcares redutores.....	50