



Instituto Politécnico
de Castelo Branco
Escola Superior
Agrária



Instituto Nacional de
Investigação Agrária e
Veterinária, I.P.

Avaliação da qualidade de vinhos e aguardentes - análise cromatográfica e análise sensorial

Ana Rita Lopes Roque

Orientadores

Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos

Doutora Ilda Maria Justino Caldeira

Relatório de Estágio apresentado à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à conclusão do curso de Técnico Superior Profissional em Análises Químicas e Biológicas, realizada sob a orientação científica da Professora Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos, do Instituto Politécnico de Castelo Branco e da Doutora Ilda Maria Justino Caldeira do Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária.

Julho de 2019

Agradecimentos

O meu muito obrigado a todos aqueles que me ajudaram a terminar esta etapa.

Em especial à Doutora Ilda Caldeira por estar sempre disponível para responder às minhas dúvidas que foram surgindo ao longo dos 5 meses de estágio e pelo ensinamento que me transmitiu nesta área de análises, à Professora Ofélia Anjos que sempre se encontrou disponível para qualquer questão relacionada com o estágio.

Um enorme obrigado a todas as pessoas que trabalham para esta instituição que é o INIAV, foram sempre muito prestáveis ao longo do estágio, onde foi adquirida uma grande aprendizagem. Mas quero agradecer em especial à Dona Otilia Cerveira por todos os ensinamentos que me deu sobre a análise cromatográfica acredite que sem si teria sido muito mais difícil, à Dona Deolinda Mota por se encontrar sempre disponível para qualquer dúvida que surgisse e pelos ensinamentos sobre as análises químicas realizadas aos vinhos e à Dona Amélia por estar também sempre disposta a ajudar.

Não menos importante, o meu sincero obrigado aos estagiários de mestrado que se encontravam também no INIAV, nomeadamente à Joana Soares, ao Simone Piras, à Anna Nocera e ao Damiano Zarpellon. Acreditem que sem o vosso companheirismo e a vossa boa disposição não seria a mesma coisa, e obrigada por todos os ensinamentos que também me transmitiram.

Por último, um enorme obrigado à minha família e aos meus amigos porque sem eles nada disto seria possível.

Muito obrigada a todos!

Cofinanciado por:



UNIÃO EUROPEIA
Fundos Europeus
Estruturais e de Investimento

Avaliação da qualidade de vinhos e aguardentes - análise cromatográfica e análise sensorial

Ana Rita Lopes Roque

Resumo

O presente relatório tem como principal objetivo descrever as atividades desenvolvidas ao longo do estágio curricular do Curso Técnico Superior Profissional de Análises Químicas e Biológicas, da Escola Superior Agrária de Castelo Branco.

O estágio foi desenvolvido no Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária I.P, com especial enfoque na quantificação dos compostos voláteis maioritários em vinhos e aguardentes, e na validação deste método em vinhos.

Contudo, no decorrer do estágio foi possível realizar também outras atividades complementares, a fim de enriquecer a aprendizagem na área das análises de vinhos e de aguardentes, nomeadamente a análise sensorial tanto em aguardentes como em vinhos e o tratamento estatístico de resultados obtidos.

Palavras chave

Vinhos; aguardentes; análise sensorial; validação de método; compostos voláteis.

Evaluation the quality of wine and spirits - Chromatography analysis and sensory analysis

Ana Rita Lopes Roque

Abstract

The main objective of this report is to describe the activities developed during the stage of the Curso Técnico Superior Profissional de Análises Químicas e Biológicas, of the Escola Superior Agrária de Castelo Branco.

The stage was developed at the Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária I.P, having as main work component the quantification of the majority volatile compounds in wines and wine spirits and the validation of this method in wines.

However, during the internship it was possible to carry out other complementary activities in order to enrich learning in the area of wine and wine spirits analyses, namely the sensorial analysis in wine spirits and wines and the statistical treatment of results obtained.

Keywords

Wines; wine spirits; sensory analysis; validation of the method; major compounds.

Índice

1. Introdução.....	1
2. Local de estágio.....	3
3. Atividades Desenvolvidas	4
3.1. Compostos voláteis maioritários em vinhos e aguardentes.....	4
3.1.1. Treino da obtenção do destilado	5
3.1.2. Treino da técnica da injeção em GC-FID	7
3.1.3. Quantificação de metanol, acetato de etilo, etanal e álcoois superiores ..	8
3.1.4. Avaliação intralaboratorial do método em vinhos	12
3.2. Controlo sensorial de vinhos e aguardentes	16
3.2.1. Organização das sessões e distribuição de amostras	17
3.2.3. Análise sensorial descritiva em vinhos e aguardentes	18
3.2.3. Análise sensorial – prestação de serviços – Prova do vinho do DIA.....	19
3.3. Atividades complementares	19
3.3.1. Determinação dos açúcares redutores.....	19
3.3.2. Determinação do SO ₂ Total.....	20
3.3.3. Extração de voláteis em aguardentes	20
3.3.4. Participação como avaliador olfativo num trabalho de olfactometria ..	21
4. Considerações Finais.....	22
5. Referências bibliográficas.....	23
Anexos	24

Índice de figuras

Figura 1 - Organigrama INIAV I.P. (2019b) [http://www.iniaiv.pt/menu-de-topo/quem-somos/apresentacao/organograma].....	3
Figura 2 - Preparação das amostras para a destilação.....	7
Figura 3 - Amostras em fase de destilação.....	7
Figura 4 - Leitura do TAV no densímetro eletrónico.....	7
Figura 5 - Cromatógrafo Gás-Líquido de alta resolução com detetor de ionização de chama (FOCUS GC Thermo Finnigan).....	7
Figura 6 - Cromatógrafo Gás-Líquido de alta resolução com detetor de ionização de chama (Agilent Technologies 6890N Network GC System).....	7
Figura 7 - Exemplo de um cromatograma bem integrado.....	9
Figura 8 - Exemplo de um cromatograma onde existe uma má integração do pico do composto metanol.	9
Figura 9 - Variação da concentração de etanal em função do sistema de envelhecimento (vasilhas e depósitos de inox com aduelas).....	10
Figura 10 - Gráfico referente às médias obtidas para o composto etanal em função das madeiras (Limousin, Castanheiro e Limousin com Castanheiro [Cast+Lim]).	11
Figura 11 - Composto etanal com diferentes médias de concentrações ao longo dos distintos períodos de análise.	11
Figura 12 - Curva de calibração do composto acetato de etilo, no Cromatógrafo Gás-Líquido de alta resolução com detetor de ionização de chama (FOCUS GC Thermo Finnigan).....	13
Figura 13 - Preparação prévia da bancada para a uma sessão de prova de aguardentes.	17
Figura 14 - Preparação prévia da bancada para a uma sessão de prova de vinhos tintos.....	17
Figura 15 - Equipamento Fluxo Contínuo utilizado para a determinação dos açúcares redutores pelo método interno utilizado no INIAV.....	19
Figura 16 - Montagem do método Paul utilizado para a determinação do SO ₂ Total.	20
Figura 17 - Decantação da fase orgânica.	20
Figura 18 - Evaporador rotativo utilizado para obter o extrato de aguardentes. .	21
Figura 19 - Equipamento GC-O.	21

Lista de tabelas

Tabela 1 - Família química dos compostos voláteis maioritários.....	4
Tabela 2 - Apresentação dos valores da repetibilidade nas duas modalidades referente aos 4 ensaios.....	6
Tabela 3 - Valores obtidos da repetibilidade.....	14
Tabela 4 - Valores obtidos para os limiares analíticos nos dois cromatógrafos....	15
Tabela 5 - Resultados obtidos das concentrações dos compostos voláteis maioritários presentes no vinho com defeito.....	18

Lista de abreviaturas, siglas e acrónimos

GC - FID – Gas Chromatography – Flame Ionization Detector (Cromatografia Gás-Líquido – com Detetor de Ionização de Chama)

GC-O - Gas Chromatography-Olfactometry (Cromatografia Gás - Olfactometria)

INIAV – Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária

OIV - Organisation Internationale de la vigne et du vin (Organização Internacional da Vinha e do Vinho)

r – Coeficiente de correlação

TA – Temperatura Ambiente

TAV – Título Alcoométrico Volúmico

TC – Temperatura Controlada