



Caracterização do perfil aromático de vinhos das castas Fonte Cal, Rufete, Touriga Nacional e Síria produzidos na região de Castelo Branco por GC/MS.

Soraia Inês Pedro

Orientadores

Doutora Ofélia Maria Serralha Anjos

Doutor Paulo Antunes

Relatório de Estágio apresentado à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de licenciatura em Engenharia Biológica e Alimentar, realizada sob a orientação científica da Professora Ofélia Maria Serralha dos Anjos da escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco e do Doutor Paulo Antunes do Centro de Apoio Tecnológico Agro-Alimentar.

Outubro 2015

Agradecimentos

A realização deste relatório de estágio contou com importantes apoios e incentivos sem os quais não teria sido possível torná-lo realidade e aos quais estarei eternamente grata.

Muito especialmente, ao meu orientador interno Professora Ofélia Anjos, bem como, ao orientador externo Engenheiro Paulo Antunes, agradeço todo o apoio, partilha de conhecimento, à vontade, pelos preciosos conselhos, pela constante e excelente orientação dada durante o decorrer do trabalho. Foi para mim um enorme privilégio poder trabalhar com todos vocês.

Ao Centro de Apoio Tecnológico Agro-Alimentar, pela oportunidade de realizar o estágio nas instalações. Agradeço a forma como me receberam e integraram, por estarem sempre disponíveis, pela sua simpatia e por todo o apoio técnico e científico.

A CVRBI pela colaboração deste estudo, pela disponibilidade, ousadia provada, pela oferta das amostras de vinho comercial. Muito Obrigada por todo o apoio, sem o qual a realização deste trabalho não seria possível.

À Escola Superior Agrária de Castelo Branco por me ter acolhido da melhor forma nestes 3 anos.

Aos meus colegas e amigos, por todo o apoio prestado e todos momentos fantásticos partilhados.

Por último, tendo a perfeita consciência que sozinha nada disto teria sido possível, agradeço a toda a minha família. Em especial aos meus pais, irmão por serem referências fundamentais nos valores e percurso da minha vida, pelo apoio incondicional em todas as decisões, por sempre acreditarem em mim e me incentivarem a lutar pelos meus objetivos, sempre com amor e uma palavra amiga.

A todos um enorme Bem Haja!

Caracterização do perfil aromático de vinhos das castas Fonte Cal, Rufete, Touriga Nacional e Sírria produzidos na região de Castelo Branco por GC/MS.

Soraia Inês Pedro

Resumo

Neste trabalho foi efetuada a avaliação do perfil de voláteis de quatro vinhos das castas Fonte Cal, Rufete, Touriga Nacional e Sírria, típicas da Região da Beira Interior, utilizando o método de HS/SPME que foi otimizado para este fim.

O método incluiu a utilização da microextração em fase sólida com fibra de DVB/CAR/PDMS, em 10 mL de amostra. A identificação dos compostos foi efetuada por GC/MS. Foi estudado o tipo de fibra que obtinha melhores resultados e as condições de extração e foram otimizadas. Foi ainda utilizado um padrão interno (hexanal) para facilitar a comparação das amostras.

Nos vinhos analisados foram separados 44 compostos voláteis, dos quais 30 foram identificados com base na biblioteca do equipamento, e os outros 14 compostos não foi possível identificar. Foi efetuada a análise de variância dos resultados, onde se observaram diferenças significativas na composição aromática dos vinhos, evidenciando a tipicidade para cada casta.

Em estudos futuros é necessário efetuar a validação destes resultados com os diferentes padrões de modo a quantificar os compostos já reconhecidos e identificar os compostos para os quais não foram encontradas correspondência na biblioteca do GC/MS.

Palavras-chave:

Vinho; Aroma; Compostos voláteis; HS/SPME; GC/MS.

Aromatic profile characterization of Fonte Cal, Rufete, Touriga Nacional and Síria wines produced in region of Castelo Branco by GC/MS.

Soraia Inês Pedro

Abstract

In this paper, the volatile's profile of four types of wine from the varieties of Fonte Cal, Rufete, Touriga Nacional and Syria, typical from the Beira Interior, were evaluated using the method of HS/SPME which was optimized for this purpose.

This method included the use of solid state microextraction with DVB/CAR/PDMS fiber, in 10mL of sample. The compounds identification was done by GC/MS. The type of fiber which obtained the best results was studied and optimized. To ease the sample comparison, an internal pattern (hexanal) was also used.

In the wines studied, 44 volatile compounds were separated, 30 of which were identified based on the equipment's library, and a complementary 14 unidentified compounds. The results of variance analysis was undertaken, where significant differences in the aromatic composition of wines were observed, showing the typical characteristics for each variety.

In further studies a result validation with the different standards will be required in order to quantify the identified compounds and the compounds for which there hasn't been found a match in the GC/MS's library.

Keywords:

Wine; Flavour; Volatile compounds; HS/SPME; GC/MS.

Índice Geral

Agradecimentos.....	II
Resumo.....	III
Abstract.....	IV
Índice Geral	V
Índice de Figuras	VI
Índice de Tabelas.....	VI
Lista de abreviaturas, siglas e acrónimos.....	VII
1. Introdução.....	1
1.1. Vinho.....	1
1.2. Aroma dos vinhos	3
1.3. Técnicas de extração e identificação de compostos voláteis.....	5
1.4. Seleção da técnica de extração.....	5
1.5. Identificação de compostos voláteis.....	11
1.6. Cromatografia gasosa.....	11
2. Material e Métodos	13
2.1. Amostras.....	13
2.2. Equipamento.....	14
2.3. Fibras de SPME	14
2.4. Métodos (Otimização).....	15
2.5. Otimização final.....	17
3. Resultados.....	19
3.1. Otimização do método	19
3.2. Análise aos vinhos selecionados	19
4. Resultados.....	20
5. Considerações Finais.....	26
Referências Bibliográficas	27
Bellavia V, Natangelo M, Fanelli R, Rotilio D, 2000. Analysis of Benzothiazole in Italian Wines Using Headspace Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography- Mass Spectrometry. Journal of Agricultural and Food Chemistry , 48 : 1239-1242.	27

Vas G, Köteleky K, Farkas M, Dobó A, Vékey K, 1998. Fast Screening Method for Wine Headspace Compounds Using Solid-Phase Microextraction (SPME) and

Capillary GC Technique. American Journal of Enology and Viticulture., Vol. 49, No.1.	29
Anexos.....	31
Fundamento teórico:	32

Índice de Figuras

Figura 1 - Casta Fonte Cal (CVRBI, 2015).....	2
Figura 2 - Casta Rufete (CVRBI, 2015).	3
Figura 3 - Casta Touriga Nacional (CVRBI, 2015).....	3
Figura 4 - Casta Síria (CVRBI, 2015).	3
Figura 5 -Esquema de um cromatógrafo de fase gasosa (Fernandes, 2010).	12
Figura 6 - Amostras de vinhos.....	13
Figura 7 - Cromatógrafo gasoso.....	14
Figura 8 - Exemplo de fibra SPME (Gallardo <i>et al.</i> , 2009).	14
Figura 9 -Vial com respetiva cápsula (Shimadzu, 2015).....	16
Figura 10 -Período de Extração.	16
Figura 11 - Dessorção dos compostos voláteis no pórtico do injetor do cromatógrafo (Soares, 2012).	17
Figura 12 - Cromatograma da amostra de vinho Quinta dos termos ☐ Beira Interior (Casta Fonte Cal, Reserva).	20
Figura 13 - Cromatograma da amostra de vinho marca Doispontocinco da Beira Interior D.O.C (Casta ☐Rufete, Vinhas Velhas).....	21
Figura 14 - Cromatograma da amostra de vinho Quinta do Cardo ☐ Beira Interior, Reserva de 2010 (Casta Touriga Nacional).....	21
Figura 15 - Cromatograma da amostra de Pinhel (Casta Síria) ☐ Doc.2014.	22

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Revisão das metodologias analíticas que visam a determinação dos aromas em amostras de vinho.	6
Tabela 2 - Revisão das metodologias analíticas que visam a determinação dos aromas em amostras de vinho.	8
Tabela 3 - Revisão das metodologias analíticas que visam a determinação dos aromas em amostras de vinho.	10

Tabela 4 - Otimização do método.....	15
Tabela 5 - Estudo do tipo de fibra. Fibra Vermelha (FV), Fibra Azul (FA) e Fibra Cinzenta (FC), para o vinho Tinto e Branco.....	18
Tabela 6 - Compostos identificados em cada amostra, indicando a razão das áreas com o padrão interno (média dos 5 ensaios \pm desvio padrão) com o respetivo tempo de retenção (TR).	22

Lista de abreviaturas, siglas e acrónimos

SPME ☐ Microextração em fase sólida (do inglês, solid phase micro extraction)

SPE ☐ Extração em fase sólida (do inglês solid phase extraction)

GC ☐ Cromatografia gasosa

HS ☐ Espaço de cabeça (Headspace)

PDMS ☐ Polidimetilsiloxano (do inglês, polydimethyl siloxane)

DVB ☐ Divinilbenzeno (do inglês, divinylbenzene)

CAR ☐ Carboxen (do inglês, carboxen)

GC/MS ☐ Cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massas

HS/SPME ☐ Microextração em fase sólida no modo headspace

CVRBI ☐ Comissão Vitivinícola da região da Beira Interior

