

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA

FELIPE BARCELLOS CHAGAS

METODOLOGIAS OFICIAIS PARA ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS EM VINHO

**Dom Pedrito
2024**

FELIPE BARCELLOS CHAGAS

METODOLOGIAS OFICIAIS PARA ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS EM VINHO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Enologia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Enologia.

Orientador: Ângela Rossi Marcon

Coorientador: Bruno Jacobs

**Dom Pedrito
2024**

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais).

C433m Chagas, Felipe

Metodologias Oficiais Para Análises Físico-Químicas Em
Vinho / Felipe Chagas.

30 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade
Federal do Pampa, ENOLOGIA, 2024.

"Orientação: Ângela Marcon".

1. Métodos. 2. Análises. 3. Comparação. 4. Diferenciação.
5. Vinho. I Título.

FELIPE BARCELLOS CHAGAS

METODOLOGIAS OFICIAIS PARA ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS EM VINHOS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de (Bacharelado Enologia) Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em (Enologia).

Área de concentração: Enologia

Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado em: 20 de março de 2024.

Banca examinadora:



Prof. Dr.^a. Ângela Rossi Marcon

Documento assinado digitalmente



SUZIANE ANTES JACOBS

Data: 20/05/2024 10:42:32-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr.^a. Suziane Antes Jacobs

Documento assinado digitalmente



ELIZETE BEATRIZ RADMANN

Data: 21/05/2024 17:58:47-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr.^a. Elizete Beatriz Radmann UNIPAMPA

AGRADECIMENTO

Dedico este trabalho a pessoa mais importante da minha vida, minha avó Loiracy Chagas, a qual me agraciou com sua doce companhia durante sua passagem na terra. Ela que sempre me incentivou e me fortaleceu nos momentos mais difíceis da minha vida, sempre oferecendo sua mão e sua companhia.

Agradeço aos meus pais Vilson Chagas e minha mãe Kátia Chagas, pela educação e poder usufruir de uma vida plena, pelos valores ensinados durante minha evolução pessoal.

Aos auxílios, as palavras de carinho, durante a vida e também trajetória acadêmica, de minha tia Ana Lúcia, Tio Madison mais conhecido como Bolinha, e sua esposa Úrsula.

A Professora Dr. Suziane Jacobs e o técnico de laboratório Bruno Jacobs, por todo auxílio e suporte necessário para que o trabalho fosse realizado a tempo, a professora Ângela por aceitar ser minha orientadora e propor uma ideia a qual me ajudou a ter mais experiência.

Agradeço à minha orientadora de estágio Elizete, por conseguir um estágio justamente na área a qual estou defendendo minha conclusão de curso, tudo isto se fosse planejado não sairia de forma tão perfeita, e isso me deixa muito feliz.

Aos amigos, colegas de curso, e a todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para meu crescimento pessoal, profissional e acadêmico, aos professores pelo conhecimento adquirido durante os anos na universidade, Marcos Gabbardo, Esther Gabbardo, Rodrigo Lisboa, Rafael Schumacher, Raul Girardello, Juan Del Aguila, Ulisses Frantz, Fernando Zocche.

Agradeço por fim, a Deus, aquele que me dá sustento, por me dar saúde, e sanidade para me manter de pé, e enfrentar as dificuldades e perceber o quanto temos que ser melhor a cada dia, e lhe agradeço por estar sempre me orientando e por me ajudar nos momentos difíceis.

“A força não vem de vencer, suas lutas desenvolvem suas forças. Quando você atravessa dificuldades e decide não se render, isso é força.”

Arnold Schwarzenegger

RESUMO

As análises físico-químicas em vinhos são necessárias para o acompanhamento da maturação da uva, verificação do potencial enológico, acompanhamento da fermentação e controle de qualidade do vinho, as quais devem seguir os padrões de identidade e qualidade definidos pelo Ministério da Agricultura para que o vinho possa ser comercializado e consumido. Existem diferentes metodologias de análises que podem ser realizadas, desde os métodos clássicos preconizados pelo Ministério da Agricultura e OIV (Organização Internacional da Uva e do Vinho), e adaptados, como também métodos que utilizam equipamentos mais modernos, semi automatizados ou automáticos.

Com isto surge a preocupação em verificar a confiabilidade destes diferentes métodos de análise físico-químicas, que são mais rápidos, porém muitas vezes com um custo inviável para pequenas vinícolas.

Buscando assegurar a eficácia de diferentes métodos de análises físico-químicas e sua confiabilidade foram realizadas análises em vinhos de acidez total, acidez volátil, teor alcoólico, pH, densidade e açúcar redutor, de acordo com metodologias oficiais de análise do Ministério da Agricultura e utilizando-se o destilador eletrônico titulador automático balança hidrostática e Wine Scan.

As análises mostram que todas as amostras realizadas estão dentro dos padrões de identidade e qualidade preconizados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Porém estas possuem um parâmetro/comportamento distinto, onde partes dos resultados foram diferentes entre as metodologias utilizadas.

Os resultados obtidos mostram que o mais coerente seria a repetição e alternância entre as metodologias, a fim de assegurar as variáveis que podem acontecer. A partir disto têm-se uma estratégia para um contínuo controle das análises físico-químicas, sendo possível corrigir erros ou ajustar as curvas de calibração dos equipamentos a partir de outros comparativos de análises, para obter-se os resultados mais confiáveis possíveis.

Palavras-Chave: diferenciação, métodos, análises, comparação.

ABSTRACT

Physicochemical analyzes on wines are necessary to monitor grape maturation, verify oenological potential, monitor fermentation and control wine quality, which must follow the identity and quality standards defined by the Ministry of Agriculture so that the wine can be sold and consumed. There are different analysis methodologies that can be carried out, from the classic methods recommended by the Ministry of Agriculture and OIV (International Grape and Wine Organization), and adapted ones, as well as methods that use more modern, semi-automated or automatic equipment.

With this comes the concern in verifying the reliability of these different physical-chemical analysis methods, which are faster but often at an unfeasible cost for small wineries.

Seeking to ensure the effectiveness of different physical-chemical analysis methods and their reliability, analyzes were carried out on wines of total acidity, volatile acidity, alcoholic content, pH, density and reducing sugar, in accordance with official analysis methodologies from the Ministry of Agriculture and using The electronic distiller, automatic titrator, hydrostatic balance and Wine Scan.

The analyzes show that all samples taken meet the identity and quality standards recommended by the Ministry of Agriculture, Livestock and Supply (MAPA). However, these have a different parameter/behavior, where part of the results were different between the methodologies used.

The results obtained show that the most coherent option would be to repeat and alternate between methodologies, in order to ensure the variables that may occur. From this, we have a strategy for continuous control of physical-chemical analyses, making it possible to correct errors or adjust equipment calibration curves based on other comparative analyzes, to obtain the most reliable results possible.

Keywords: differentiation, methods, analysis, comparison.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Destilador eletrônico Super DEE Gibertini.....	14
Figura 2 - Titulador automático (Quick).....	15
Figura 3 - Balança Hidrostática.....	15
Figura 4 - Equipamento WineScan... ..	16
Figura 5 - Sistema de destilação simples para álcool.....	20
Figura 6 - Sistema de destilação fracionada.....	22

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 OBJETIVOS	12
2.1 Objetivos gerais	12
2.2 Objetivos específicos.	12
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
3.1 Contextualizações gerais.....	13
3.2 Legislações vitivinícola.....	13
3.3 Métodos utilizados.....	13
3.3.1 Métodos realizados manualmente (Rizzon, 2010)	13
3.3.2 Gibertini®	14
3.3.3 Wine Scan	15
3.4 Análises físico-químicas	16
3.4.1 Grau alcoólico.....	16
3.4.2 Acidez total.....	17
3.4.3 Acidez volátil.....	17
3.4.4 pH.	18
3.4.5 Açúcar redutor	18
3.4.6 Densidade	18
4 MATERIAL E MÉTODOS	19
4.1 Amostras de vinhos.	19
4.2 Análises físico-químicas	19
4.2.1 Açúcar Redutor	19
4.2.2 Álcool.....	20
4.2.3 Acidez total.....	21
4.2.4 Acidez volátil.....	21
4.2.5 pH	22
4.2.6 Densidade	23
4.3 Análises estatísticas	23
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	24
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	28
REFERÊNCIAS	29

1 INTRODUÇÃO

Consumidores de vinhos buscam sempre sua plena qualidade, com isto, é essencial que os vinhos estejam dentro dos parâmetros físico-químicos exigidos pela legislação brasileira. Estes parâmetros são indispensáveis para avaliar seu estado atual e seu potencial no momento da fermentação.

Dentre as análises mais utilizadas para o controle de qualidade do vinho, podemos destacar: a acidez total, pH, álcool, açúcares redutores e acidez volátil. Devido a isso, o presente trabalho visa realizar análises físico-químicas através de métodos oficiais e alternativos para verificar sua confiabilidade e eficácia.

Algumas análises físico-químicas, as clássicas, geralmente necessitam de um período maior para se realizar, logo também podemos contar com equipamento Gibertini® e também o Wine Scan (WS), a qual utiliza a tecnologia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).

A linha Gibertini conta com um destilador enológico Super D.E.E, titulador automático e balança hidrostática. Estes equipamentos permitem resultados confiáveis, precisos e com um menor tempo de análise, com eles é possível realizar as análises de acidez total, acidez volátil, anidrido sulfuroso total e livre, grau alcoólico, °Brix, densidade e extrato seco.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

Comparar as análises físico-químicas de vinhos através de três metodologias diferentes de forma manual e com o uso de equipamentos eletrônicos.

2.2 Objetivos específicos

- Realizar análises físico-químicas de diferentes vinhos utilizando titulação clássica.
- Realizar análises físico-químicas de diferentes vinhos utilizando equipamentos eletrônicos da Gibertini.
- Realizar análises físico-químicas de diferentes vinhos utilizando equipamento Wine Scan.
- Comparar os dados obtidos através das três metodologias de análise.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Contextualizações gerais

O vinho quanto a sua composição química é uma solução ácida, com teor alcoólico de 7% a 22% em volume, contando com centenas de substâncias orgânicas e minerais em quantidades mínimas. Essa mistura complexa de compostos é responsável pela cor, aroma e sabor, e estes, contribuem para a evolução e qualidade da bebida (BORGES, 2008; SUMBY et al., 2010).

Os atributos sensoriais são determinados pelos compostos químicos, e estes, quando quantificados são capazes de determinar a qualidade dos vinhos, permitindo a verificação da aptidão comercial dos produtos, estando sua composição dentro dos limites estabelecidos pela legislação (RAPOSO, et al., 2018; CASTILHOS; DEL BIANCHI, 2011; BRITO et al., 2020).

Para a comercialização dos vinhos, as análises físico-químicas devem seguir as instruções e legislações do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), seja para garantir a segurança e distribuição no comércio, seja para acompanhamento da fermentação ou qualidade dos vinhos. Esses padrões se baseiam na Organização Internacional da Uva e do Vinho (OIV) e são adotados pelo mundo todo.

3.2 Legislações Vitivinícola

As metodologias utilizadas para verificação dos parâmetros e compostos presentes no vinho foram realizadas de acordo com o Ministério da Agricultura (MAPA), método clássico (Rizzon), e com auxílio de equipamentos eletrônicos Gibertini, e equipamento eletrônico Wine Scan, porém este não está listado como metodologia oficial para análise físico-química.

3.3 Métodos utilizados

3.3.1 Métodos realizados manualmente (Rizzon, 2010)

As análises clássicas seguem uma determinação conhecida há muito tempo, a qual são exigidas e fundamentais para o controle de qualidade, e também para verificar quaisquer

alterações que podem ocorrer durante o processamento da uva dentro da cadeia produtiva do vinho (Rizzon 2010).

3.3.2 Gibertini®

O aparelho destilador Super D.E.E. (Distillatore Elettronico Enoquimico) (Figura 1), tem o mesmo princípio de um destilador tradicional, mas que possui um sistema de aquecimento com dois eletrodos colocados no interior da ampola de destilação, vindo a utilizar a formação de um circuito de corrente colocando a amostra em temperatura de ebulição em poucos minutos. Possuem duas colunas, uma para destilação da amostra que é utilizada tanto para destilação do álcool como da acidez volátil e anidrido sulfursoso total e outra coluna por onde passa a água que auxilia na destilação (MARTINS, 2007).

Figura 1 - Destilador eletrônico Super DEE Gibertini



Fonte: Autor, 2024.

Além do destilador enológico, a linha Gibertini possui um titulador automático (Figura 2), para titulação das análises de acidez total, acidez volátil, anidrido sulfuroso total e anidrido sulfuroso livre, o qual é constituído por um conjunto de soluções utilizadas nas titulações que são movidas por bombas peristálticas. Além deste equipamento é utilizada uma balança hidrostática (Figura 3), para medida do grau alcoólico, densidade, °Brix e extrato seco.

Figura 2- Titulador automático (Quick)



Fonte: Autor, 2024

Figura 3 - Balança hidrostática



Fonte: Autor, 2024.

3.3.3 Wine Scan

O WineScan (Figura 4) é um prático analisador de vinho seja para uma análise rápida e com múltiplos parâmetros de mosto, mosto em fermentação e vinho acabado.

O equipamento utiliza a tecnologia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), possuindo um interferômetro que coleta os dados e analisa vários parâmetros em segundos, no qual promove vibrações nas cadeias e grupos químicos das moléculas que constituem o vinho e resultam nos dados das análises. Uma boa alternativa para as vinícolas, laboratórios e centros de pesquisa, onde as análises físico-químicas são corriqueiras, podendo assim o pleno acompanhamento de todos os processos durante a elaboração dos produtos até a estocagem (FERREIRA et al., 2009; MOREIRA et al., 2002).

Nesta técnica utiliza-se um limitador na faixa de comprimento para evitar absorção de água e define-se o valor de comprimento de onda entre 1.447 a 1.887 cm^{-1} e 2.971 a 3.696 cm^{-1} , para evitar que ruídos possam interferir nos cálculos (LACHENMEIER, 2007).

Romera-Fernandez et al. (2012) relata sobre as vantagens dessa técnica, como o tempo de apuração dos resultados, assim como não necessitar de diversos reagentes, as desvantagens se tornam pelo custo do equipamento.

Figura 4 - Equipamento Wine Scan



Fonte: Autor, 2024

3.4 Análises físico-químicas

3.4.1 Grau Alcoólico

O etanol do vinho, proveniente da fermentação alcoólica do açúcar do mosto, necessita de 16 a 18 g.L^{-1} de açúcar para produzir durante a fermentação alcoólica 1% no volume de álcool.

Segundo os padrões de identidade da legislação brasileira (BRASIL, 2018) IN nº 14 de 08/02/2018 a graduação alcoólica de um vinho de mesa ou vinho fino deve estar entre 8,6 e 14,1 % v/v, já um vinho nobre tem seu valor entre 14,1 a 16 % v/v.

Os mostos devem conter 180, 226 e 288 g.L⁻¹ de açúcar para obter, ao final da fermentação, uma graduação alcoólica de 10, 12,6 e 14 % v/v de etanol (RIBÉREAU – GAYON, 2003).

Quanto à conservação dos vinhos, em pipas de madeira, pode ocorrer uma ligeira evaporação, a qual conduz a uma diminuição do grau alcoométrico da ordem dos 0,2% vol., por ano (Delanoe et al., 1987).

3.4.2 Acidez Total (AT)

É a soma dos ácidos tituláveis do vinho: tartárico, málico, láctico, succínico e cítrico, e tem papel fundamental na qualidade do vinho, pois conserva os aromas, além de proporcionar organolepticamente frescor ao vinho. Segundo os padrões de identidade da legislação brasileira (BRASIL, 2018) IN nº 14 de 08/02/2018, a acidez total deve estar entre 40 e 130 meq.L⁻¹. Geralmente, os vinhos tintos apresentam teores de acidez total mais baixo, comparado aos vinhos brancos (RIZZON et al., 2003).

Os principais ácidos orgânicos do vinho provenientes da uva são: o tartárico, málico e cítrico; e os provenientes da fermentação são o succínico, láctico e acético.

3.4.3 Acidez volátil (AV)

Constituída de ácidos voláteis do vinho, sendo o ácido acético o componente principal, o baixo teor deste indica boa sanidade e um vinho de qualidade. Segundo a Legislação Brasileira IN nº 14 de 08/02/2018 é permitido no máximo 20 meq.L⁻¹ de acidez volátil corrigida ou 1,2 g.L⁻¹ em ácido acético (BRASIL, 2018).

Os vinhos novos contém acidez volátil mínima, que foi produzida na fermentação alcoólica e na malolática. A partir daí, pode ter uma elevação significativa a partir dessas alterações, principalmente devido a bactérias acéticas (DE ÁVILLA, 2002).

3.4.4 PH

O pH corresponde à concentração de íons de hidrogênio dissolvida na amostra, conforme, é importante, pois determina a resistência do vinho às alterações microbianas, intensidade da cor, sabor e também o potencial de oxidação-redução (DE ÁVILLA, 2002).

Além de agir sobre a taxa de SO₂ livre e combinado, pois quanto mais baixo for o pH, maior a fração livre de SO₂, assim, vinhos com pH 3,4 apresentam melhor resistência às contaminações bacterianas que outros com pH 3,8.

3.4.5 Açúcar Redutor

Os açúcares redutores, nos vinhos secos, representam os resíduos da fermentação alcoólica. Por ocasião da fermentação alcoólica, todo o açúcar deve ser transformado em álcool pelas leveduras, não sobrando residual no vinho (RIZZON *et al.*, 2010).

A quantidade restante de açúcares redutores no vinho, após a fermentação, exercerá grande influência sobre a evolução da qualidade do produto final. A uva contém traços de alguns açúcares não fermentescíveis, cerca de 1g/L, e que se encontram no vinho, são as pentoses, das quais, as principais são a arabinose e a xilose.

Por causa desses açúcares, jamais a dosagem de açúcares redutores é zero, no vinho seco, seu teor situa-se entre 1 e 2 g/L. Segundo os padrões de identidade da legislação brasileira (BRASIL, 2018) IN nº 14 de 08/02/2018, o padrão máximo para um vinho seco é de 4 g/L.

3.3.6 Densidade

Refere-se à massa volumétrica do mosto, através da análise de densidade, é uma importante análise para o acompanhamento da fermentação alcoólica.

A densidade varia em função do extrato seco, do teor de açúcar e do grau alcoólico. (MARTINS, 2007).

A densidade do mosto diminui progressivamente até entre 0,992 e 0,998, ou seja, a glicose está sendo consumida e conseqüentemente álcool produzido (DE ÁVILLA, 2002).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Amostras de vinhos

Os vinhos finos produzidos na região da campanha gaúcha, utilizados para realização das análises físico-químicas, foram elaborados na Universidade Federal do Pampa, provenientes das uvas do vinhedo experimental e vinhos doados pela IP Campanha.

4.2 Análises Físico-Químicas

As análises físico-químicas dos vinhos foram realizadas em duplicata. Determinou-se o teor de álcool (% v/v), acidez volátil (AV) (meq.L^{-1}), acidez total (AT) (meq.L^{-1}), pH, densidade e açúcar redutor, conforme IN nº 24 de 08/09/2005 (Brasil, 2005) e Embrapa Uva e Vinho (Rizzon, 2010). As análises foram realizadas manualmente (RIZZON, 2010) e com equipamentos semi-automatizado (Gibertini®) e Wine Scan (automatizado).

4.2.1 Açúcar Redutor

O açúcar redutor foi definido pelos seguintes métodos:

- **Determinação pelo método WineScan**
- **Determinação pelo método Rizzon:**

Os açúcares totais (g.L^{-1}) foram quantificados através do método de Fehling.

O procedimento divide-se em realizar a análise em duas fases, uma para titulação da amostra do vinho e outra para titulação em branco. Em um Erlenmeyer de 250 mL, adiciona-se 10 mL de Fehling A, juntamente com 10 mL de Fehling B e 20 mL da amostra de vinho ou água destilada para amostra em branco, previamente diluída pelo fator de diluição do vinho ou mosto para determinação do açúcar, fornecido pela tabela de metodologia para análise de vinho (Rizzon, 2010).

Após fechar o Erlenmeyer com papel alumínio e deixar a amostra aquecer até a fervura e contar por 2 minutos. Em seguida resfriar a amostra a uma temperatura de aproximadamente 15°C e adicionar 10 mL de iodeto de potássio a 30%, 10 mL de ácido sulfúrico a 17% e 2 mL de amido a 1%. Titular com tiosulfato de sódio a 0,1N.

O cálculo do resultado de teor de açúcares redutores totais foi expresso em g.L^{-1} , que corresponde a diferença entre o número de mililitros gastos com a titulação da amostra (n'), e

aquele gasto com a titulação do branco (n), fornecido pela tabela de metodologia para análise de vinho (Rizzon, 2010).

4.2.2 Álcool

O álcool foi definido pelos seguintes métodos:

- **Determinação pelo método WineScan**
- **Determinação pelo método Gibertini®:**

Preenche-se um balão volumétrico de 100 mL com a amostra e registra-se a temperatura (deve estar em aproximadamente 20°C). Transferem-se para o balão do aparelho de destilação, lavando o balão três vezes com aproximadamente 10 mL de água de cada vez e introduzindo essas porções de água no balão de destilação, adicionam-se 7 gotas de anti espumante e 10 mL de solução de hidróxido de cálcio 120 g/L. Após a destilação da amostra, recolhe-se o destilado no balão volumétrico e completa-se com água destilada até o menisco. Após, é realizada a medida na balança Hidrostática Super Alcomat Gibertini.

- **Determinação pelo método Rizzon:**

Para análise do teor alcoólico destilou-se 200 ml da amostra do vinho em aparelho de destilação simples de acordo com a (Figura 5), adicionam-se 7 gotas de anti espumante e 10 mL de solução de hidróxido de cálcio 120 g/L, e recolheu-se 160 ml da amostra, completando-se com água destilada até o menisco e realizou-se leitura direta do destilado em uma proveta com o auxílio de um alcoômetro Gay-Lussac.

Figura 5 - Sistema de destilação simples para álcool



Fonte: Autor, 2024.

4.2.3 Acidez total

A acidez total (AT), foi definida pelos seguintes métodos:

- **Determinação pelo método WineScan**
- **Determinação pelo método Gibertini®:**

É transferido 10 mL da amostra para um bequer de 250 mL e adicionado 100 mL de água destilada. É inserido a barra magnética no bequer e levado ao titulador Quick para a leitura da AT. Como os resultados foram expressos em g/L, para conversão dos resultados em meq.L⁻¹ é dividido o resultado por 0,075.

- **Determinação pelo método Rizzon:**

Medem-se 5 ml de vinho em um erlenmeyer, adicionando-se 100 mL de água destilada e 3 gotas de azul de bromotimol e titula-se com hidróxido de sódio (NaOH 0,1N), até o aparecimento de uma coloração azul. Os resultados são expressos em (meq.L⁻¹), e calculados através da fórmula:

$$AT = \frac{n1 \times N \times 100}{V}$$

4.2.4 Acidez volátil

A acidez volátil (AV), foi definida pelos seguintes métodos:

- **Determinação pelo método WineScan**
- **Determinação pelo método Gibertini®:**

Consiste em adicionar 20 mL de vinho no balão de destilação Gibertini e com o uso de vapor de água todos os ácidos volatilizados presentes na amostra foram carregados e condensados em coluna com fluxo de água corrente. É recolhido 250 mL da amostra e, inserido-se a barra magnética no Erlenmeyer, leva-se ao titulador Quick para a leitura da AV.

Como os resultados foram expressos em g.L⁻¹, para conversão dos resultados em meq.L⁻¹ divide-se o resultado por 0,06.

- **Determinação pelo método Rizzon:**

Para esta análise destilou-se 10 mL da amostra do vinho em aparelho de destilação fracionado, de acordo com a Figura 6. Para a titulação recolhe-se 100 mL do destilado em um

erlenmeyer, adiciona-se 3 gotas de azul de fenolftaleína e titula-se com hidróxido de sódio 0,1N, até o aparecimento de uma coloração rosa.

Os resultados são expressos em (meq.L⁻¹). O cálculo da acidez volátil bruta (meq.L⁻¹) foi calculado segundo a fórmula:

$$AV = \frac{n1 \times N \times 100}{V}$$

Figura 6 - Sistema de destilação fracionada



Fonte: Autor, 2024.

4.2.5 pH

O pH, foi definido pelos seguintes métodos:

- **Determinação pelo método WineScan**
- **Determinação pelo método Rizzon:**

O pH foi determinado usando medidor de pH com leitura digital, com ajuste de temperatura para 20 °C.

4.2.6 Densidade

A densidade, foi definida pelos seguintes métodos:

- **Determinação pelo método WineScan**
- **Determinação pelo método Gibertini®:**

Transfere-se a amostra de vinho para a balança Hidrostática Super Alcomat Gibertini, onde o mesmo após a estabilização realiza a leitura.

- **Determinação pelo método Rizzon:**

Princípio de aerometria, o procedimento é feito com um densímetro, onde a amostra é colocada, com uma temperatura de 20°C em uma proveta graduada de 250 ml. O densímetro (0,900 à 1.000) é introduzido na proveta, após se estabilizar, faz-se a leitura direta da densidade indicada pelo densímetro.

4.3 Análises estatísticas

Foi realizada uma análise de variância (ANOVA), com 5% de probabilidade (TUKEY), utilizando software STATISTIX 7.0.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com a Tabela 1 descrito abaixo, os resultados mostraram que as análises e metodologias, possuem um parâmetro/comportamento distinto, onde partes dos resultados coletados coincidem estatisticamente com as diferentes metodologias utilizadas.

Tabela 1 - Resultado das análises sob diferentes metodologias.

Amostra	ID	AcV mEq/L	AcT mEq/L	pH	Açúcar Redutor	Álcool % v/v	Densidade g/cm ³
1	G	13,00 a	93,53 ab	N/A	N/A	13,27 a	0.9936 a
1	WS	11,00 a	97,00 a	3,55 b	2,83 b	13,50 a	0.9930 b
1	R	9,16 a	90,00 b	3,82 a	3,41 a	12,80 b	0.9900 c
CV (%)		9,61	1,29	0,17	0,20	0,76	0,00
2	G	10,58 a	89,00 a	N/A	N/A	12,20 c	0.9936 a
2	WS	5,00 c	82,66 a	3,40 b	2,25 a	12,60 a	0.9930 b
2	R	8,50 b	95,00 a	3,83 a	2,61 a	12,30 b	0.9900 c
CV (%)		5,69	5,65	0,17	8,93	0,07	0,01
3	G	12,83 a	74,20 b	N/A	N/A	12,00 b	0.9913 a
3	WS	9,00 b	71,33 b	3,47 b	0,50 b	12,05 b	0.9907 b
3	R	5,02 c	80,00 a	3,60 a	1,20 a	12,45 a	0.9890 c
CV (%)		0,1	0,97	0,69	16,4	0,48	0
4	G	4,25 b	104,07 b	N/A	N/A	12,12 b	0.9924 a
4	WS	1,67 c	101,33 c	3,18 b	0,95 b	12,15 b	0.9917 b
4	R	6,00 a	108,00 a	3,48 a	2,21 a	12,45 a	0.9900 c
CV (%)		1,72	0,16	0,18	3,88	0,5	0
5	G	12,00 a	110,13 a	N/A	N/A	12,04 b	0.9949 a
5	WS	6,67 b	101,33 b	3,45 b	1,65 b	12,00 b	0.9943 b
5	R	8,00 b	108,00 a	3,67 a	2,49 a	12,25 a	0.9910 c
CV (%)		6,12	0,61	0	14,07	0,39	0
6	G	13,08 a	77,60 ab	N/A	N/A	12,81 a	0.9943 a
6	WS	6,66 c	73,33 b	3,66 b	2,55 b	12,70 a	0.9941 b
6	R	10,00 b	83,00 a	3,78 a	3,32 a	12,85 a	0.9910 c
CV (%)		0,62	1,86	0,16	2,25	0,96	0

Tabela 1 – Resultado das análises sob diferentes metodologias (continuação).

Amostra	ID	AcV mEq/L	AcT mEq/L	pH	Açúcar Redutor	Álcool % v/v	Densidade g/cm³
7	G	12,67 a	110,80 a	N/A	N/A	11,12 b	0.9923 a
7	WS	3,33 c	104,00 b	3,04 b	0,55 b	11,10 b	0.9917 b
7	R	7,00 b	112,00 a	3,29 a	3,32 a	12,45 a	0.9900 c
CV (%)		1,77	1	0,27	3,41	0,35	0
8	G	6,83 a	84,30 b	N/A	N/A	11,39 b	0.9911 a
8	WS	3,33 c	86,67 b	3,07 b	0,10 b	11,60 b	0.9906 b
8	R	6,00 b	93,00 a	3,15 a	1,19 a	12,5 a	0.9871 c
CV (%)		0,1	1,13	0,28	18,99	0,73	0,01

G: Gibertini, WS: Wine Scan, R: Rizzon.

*N/A: Não se aplica. LEGENDA

Para a amostra 1, obteve-se equivalência entre a metodologia Gibertini e Wine Scan para determinação de acidez volátil AV, com um coeficiente de variação CV de 9,61%. Para análise de acidez total AT a metodologia Gibertini por vez coincide estatisticamente com Wine Scan WS e também Rizzon, com o CV 1,2%. Para determinação do álcool as análises metodológicas entre Gibertini e WS se equivalem com um CV de 0,76 %.

Para a amostra 2, para o índice de AT as três metodologias se equivalem sendo Gibertini, WS e Rizzon com o CV de 5,65%. Para determinação de açúcar redutor, obteve-se equivalência entre as metodologias WS e Rizzon, com o CV de 8,93%.

Para a amostra 3, para determinação de AT e álcool as metodologias entre Gibertini e WS se equivalem com um CV de 0,97 e 0,48% respectivamente.

Para a amostra 4, obteve-se equivalência entre as metodologias Gibertini e WS, para o índice de álcool, com o CV de 0,5%.

Para a amostra 5, obteve equivalência entre a metodologia WS e Rizzon para AV com o CV de 6,12%, entre Gibertini e Rizzon para AT com CV de 0,61 % e álcool entre metodologia Gibertini e WS com o CV de 0,39%.

Para a amostra 6, a metodologia Gibertini se equivale tanto para WS e respectivamente Rizzon, para determinação de AT, com o CV de 1,86%. Para análise de álcool as três metodologias se equivalem com o CV de 0,96%.

Para a amostra 7 obteve equivalência entre a metodologia de Gibertini e Rizzon para índice de AT com o CV de 1%. Já para análise de álcool as metodologias se equivalem para Gibertini e WS com o CV de 0,35%.

Para a amostra 8 obteve equivalência entre a metodologia de Gibertini e WS para índice de AT e álcool com um CV de 1,13 e 0,73% respectivamente. Para esta amostra também se obteve o maior CV, com o percentual de 18,99%.

Se analisarmos os resultados entre si, aquele que obteve uma média mais próxima em todas as análises foi os obtidos através do Wine Scan (WS). Isto se deve ao processo de padronização que o aparelho possui e pouca influência do analista no preparo da amostra, fazendo com que este obtenha uma consistência nos resultados e um coeficiente de variação menor que os demais métodos de referência.

A tecnologia de equipamentos como WS e Gibertini® possuem um diferencial, pois conseguem, por meio de uma equação e compensação, reconciliar a temperatura dando uma análise mais representativa.

De um modo geral, embora os coeficientes de variação entre as distintas metodologias sejam relativamente baixos, alguns resultados de algumas análises mostram diferenças significativas entre os 3 métodos utilizados, esta divergência de resultados se torna um pouco preocupante.

O método do Wine Scan, embora não seja um método oficial, é utilizado por algumas vinícolas e empresas de pesquisa, já os métodos de análises realizados com os equipamentos da Gibertini e os métodos utilizados por Rizzon, estão de acordo com os métodos oficiais do MAPA e OIV e, portanto não poderiam ter diferenças significativas.

Cesca (2009) realizou pesquisa comparativa entre laboratórios que utilizavam métodos titulométricos para avaliação de açúcares em vinhos e encontrou teor de açúcares totais variando entre os laboratórios de 1,65 g.L⁻¹ a 4,49 g.L⁻¹ para a mesma amostra, avaliada por licor de Fehling, evidenciando a inexatidão do método titulométrico.

Alguns resultados, também de análises físico-química demonstrada por Correia (2011) que comparou a metodologia clássica e a FTIR pelo equipamento WS Sistema Bacchus em vinhos, constatou que os resultados foram estatisticamente diferentes. Ele cita que é importante a verificação e calibração dos equipamentos que utilizam a metodologia FTIR para a realização das análises físico-químicas, logo, a precisão dos dados se dá pela utilização de cálculos matemáticos.

A calibração corresponde à aplicação de uma curva específica, com o intuito de identificar e relacionar a informação disponível com os valores espectrais da amostra, com um parâmetro físico-químico em estudo.

O cálculo e seleção de filtros para cada parâmetro é automaticamente realizada pelo software padrão (Foss Integrador), disponibilizado pelo fornecedor do equipamento, já os

pontos dos espectro são definidos como filtros e selecionados como uma função estatística de cada componente (URBANO-QUADRADO et al., 2004; PATZ et al., 2004).

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foi observado que todas as amostras realizadas estão dentro dos padrões de identidade e qualidade preconizados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA).

Dentre as análises realizadas, observa-se que a metodologia do WS obteve uma média padrão muito próxima entre as análises, mostrando uma garantia de precisão.

A média de regularidade foi seguida pelo método Gibertini® e respectivamente metodologia clássica Rizzon (2010).

Observa-se que é um dos fatores essenciais para que as análises ocorram da melhor maneira possível.

- Fator humano: mesmo que não ocorram erros, existe a possibilidade da limitação pessoal, por exemplo, na dificuldade de visualização do ponto de viragem de alguns indicadores, ou quando a mesma pessoa executa um procedimento analítico diversas vezes consecutivo, pode haver variações nos dados obtidos, ou quando se analisa a mesma amostra, levando os resultados de igualdade.
- Condições Equipamento: é essencial, antes da realização de qualquer análise físico-química, que seja feito o protocolo de calibração dos equipamentos utilizados, e também a conferência do uso e funcionamento correto do mesmo, além da verificação dos reagentes utilizados, de modo que estes indicadores e soluções sejam preparados de maneira correta e tenha seu armazenamento adequado. A vidraria utilizada para preparo e coleta das análises, também pode vir a ser um fator determinante, assim como, a lavagem em excesso ou insuficientemente da mesma.
- Condições de temperatura: O contínuo ajuste e controle da temperatura da amostra durante o processo da metodologia é um fator muito importante no decorrer das análises físico-químicas, principalmente para não ter prejudicado sua eficácia.

A frequência e fluxo de análises físico-químicas dentro de uma linha de produção sejam para manter um parâmetro de qualidade, frente aos custos destas, muitas vezes se torna algo limitante para vinícolas de pequeno porte.

A melhor maneira para evitar essa diferença dos resultados seria utilizar a mesma metodologia para a amostra, a fim de reduzir os índices de variância entre a mesma amostra, e somente quando apresentar alguma divergência realizar o procedimento com uma metodologia diferente a fim de comparar se a mesma apresenta-se em um índice aceitável e próximo com a referência necessária.

REFERÊNCIAS

- BRASIL, 1986. Portaria nº 76 de 26 de novembro de 1986. **Dispõe sobre os métodos analíticos de bebidas e vinagre.** Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Ministério da Agricultura, Brasília, 28 nov. 1986. Seção 1, pt. 2.
- BRASIL, 2018. IN nº 14 de 08/02/2018. Padrões de identidade e qualidade para bebidas fermentadas. Disponível em: <https://www.agricultura.rs.gov.br/upload/arquivos/202008/17121016-instrucao-normativa-14-de-2018-piqs-vinhos-e-derivados-da-uva-e-do-vinho.pdf> Acesso em: 13/03/2024.
- BORGES, E. P. **ABC ilustrado da vinha e do vinho.** Rio de Janeiro: Maud, 2004. 2. ed.: p. 252, 2008.
- BRITO, P. L.; NEVES, N. A.; VALENTE, M. E R; PANTOJA, L. SANTOS, A. S. **Diagnóstico da qualidade química de vinhos produzidos na região Sul do estado de Minas Gerais.** Research, Society and Development, v. 9, n. 11, e3479119763, 2020.
- CASTILHOS, M. B. M.; BIANCHI, V. L. **Caracterização físico-química e sensorial de vinhos brancos da região Noroeste de São Paulo.** Revista Holos, v. 4, p. 148-158, 2011.
- CESCA, M. Comparação interlaboratorial de análises físico-químicas do vinho (trabalho de conclusão de curso). Bento Gonçalves (RS): Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia – IFRS. 2009.
- CORREIA, C.A.C. **Espectroscopia de infravermelho na análise de mostos e vinhos.** Dissertação (Mestrado em Química Analítica e Qualidade) - Universidade de Aveiro. 2011.
- DELANOE, D.; MAILLARD, C.; MAISONDIEU, D. **O vinho da análise à elaboração.** Europa América LDA. Portugal, 224 p., 1987.
- DE ÁVILA, L. D. **Metodologias Analíticas Físico-químicas.** Laboratório de Enologia. Bento Gonçalves, CEFET, 2002.
- FERREIRA, M. L.; COSTA, A. M.; RIBEIRO, N.; SIMÕES, T.; BARROS, P. **Quality control in FTIR wine analysis.** Ciência e Técnica Vitivinícola, v. 24, p. 47-53, 2009.
- FOSS ANALYTICS. Disponível em: <https://www.fossanalytics.com/pt-br/products/winescan-3>. Acesso em: 03/02/2024.
- HUANG, X; JIANG, Z; TAN, J; LI, R. **Geographical origin traceability of red wines based on chemometric classification via organic acid profiles.** Journal of Food Quality, 2017. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/jfq/2017/2038073/>. Acesso em: 12/02/2024.
- LACHENMEIER, D. W. **Rapid quality control of spirits drinks and beer using multivariate data analysis of Fourier transform infrared spectra.** Food Chemistry, v. 101, p. 825- 832, 2007.

MARTINS, P. A. **Análises físico-químicas utilizadas nas empresas de vinificação necessárias ao acompanhamento do processo de elaboração de vinhos brancos.** Rio Grande do Sul, Título de graduação, CEFET-BG, 2007. 48 p.

MOREIRA, J. L.; MARCOS, A. M.; BARROS, P. **Analysis of portuguese wines by Fourier transform infrared spectrometry (FTIR).** Ciência e Técnica Vitivinícola, v. 17, p. 27-33, 2002.

PATZ, C. D.; BLIEKE, A.; RISTOW, R.; DIETRICH, H. **Application of FT-MIR spectrometry in wine analysis.** Analytica Chimica Acta, v. 513, p. 81-89, 2004.

RAPOSO, R. et al. **Sulfur free red wines through the use of grapevine shoots: Impact on the wine quality.** Food Chemistry, v. 243, p. 453-460, 2018.

RIBEREAU-GAYON, P.; LONVAUD, A.; DONECHE, B.; DUBUORDIEU, D. **Tratado de Enologia I: Microbiologia del Vino Vinificaciones.** Ediciones Mundi -Prensa. 1ªEdição. Buenos Aires: Hemisfério Sur, 2003.

RIZZON, L. A. **Metodologia para análise se mosto e suco de uva.** Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 78p., 2010.

RIZZON, L. A. **Metodologia para análise de vinho.** Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 126 p., 2010.

ROMERA-FERNÁNDEZ, M.; BERRUETA, L. A.; GARMÓN-LOBATO, S.; GALLO, B.; VICENTE, F.; MOREDA, J. M. **Feasibility study of FT-MIR spectroscopy and PLS-R for the fast determination of anthocyanins in wine.** Talanta, v. 88, p. 303-310, 2012.

SUMBY, K. M., GRBIN, P. R., JIRANEK, V. **Microbial modulation of aromatic esters in wine: Current knowledge and future prospects.** Food Chemistry, 121(1), 1-16, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.12.004>. Acesso em: 12/02/2024.

URBANO-CUADRADO, M.; CASTRO L. de C., M. D.; PÉREZ- JUAN, P. M.; GARCÍA-OLMO, J.; GÓMEZ-NIETO, M. A. **Near infrared re ectance spectroscopy and multivariate analysis in enology: determination or screening of fteen parameters in di erent types of wines.** Analytica Chimica Acta, v. 527, p. 81-88, 2004.

