

CIRCUITO INTERLABORATORIAL DE VINHOS PORTUGUESES

# DESTILADO VÍNICO (DV)

MAIO / 2008

Elaborado por: José Luís Moreira e Klaus Bertsch

**ALABE** ASSOCIAÇÃO  
DOS LABORATÓRIOS  
DE ENOLOGIA

## Objectivo

O Circuito Interlaboratorial de Vinhos Portugueses (CIVP), na modalidade Destilados Vínicos (DV), tem por objectivo testar a precisão da determinação de substâncias voláteis, de metanol e de carbamato de etilo por cromatografia em fase gasosa, de elementos minerais por espectrofotometria de absorção atómica e de outros ensaios realizados por métodos correntes (análise à bancada) em destilados vínicos. Não estão contemplados nesta modalidade, por agora, determinações por espectrofotometria FTIR, a qual poderá constituir um alargamento posterior deste circuito.

As regras de participação no CIVP estão disponíveis em [www.alabe.pt](http://www.alabe.pt).

A participação em circuitos interlaboratoriais constitui uma valiosa ferramenta para o controlo da qualidade dos resultados produzidos pelos laboratórios envolvidos.

## Participantes

Comissão de Viticultura da Região dos Vinhos Verdes (CVRVV) - Portugal

Direcion General de la Consomation, Concurrence et Repression des Fraudes (DGCCRF) - França

DVT España S.A. - Espanha

DVT, Destilação Vinícola Torrejana, S.A. - Portugal

Istituto Agrária de San Michele al Adige (IASMA) - Itália

Instituto do Vinho do Douro e do Porto (IVDP) - Portugal

Symington - Vinhos S. A.

## Procedimento

### 1.1. Amostras

No presente circuito foi analisado um Destilado Vínico - Aguardente Vínica Branca (DV-VB) constituído por amostras adquiridas directamente no circuito comercial, assegurando-se que todas apresentavam o mesmo número de lote.

### 1.2. Metodologia

#### 1.2.1. Métodos de análise

Os métodos de análise previstos para este circuito foram a cromatografia em fase gasosa, a espectrofotometria de absorção atómica e os métodos de análise à bancada, designadamente os previstos no Regulamento (CE) N.º 2870/2000. A escolha dos métodos de análise ficou ao critério de cada laboratório participante. Todavia foi recomendado o uso da metodologia fixada no referido regulamento, sempre que possível.

#### Parâmetros analisados

Os parâmetros contemplados neste circuito são os seguintes:

TAV real, TAV bruto, Massa volúmica, Acidez total, Acidez volátil, pH, Extracto seco, Absorção a 525 nm, Cianetos totais, Etanal, Acetato de etilo, Acetal, Metanol, 2-Butanol, 1-Propanol, Isobutanol, Álcool alílico, 1-Butanol, 2-Metil-1-Butanol, 3-Metil-1-Butanol, Isoamílicos, Subst. Voláteis, Lactato de etilo, 1-Hexanol, Carbamato de etilo, Cobre, Ferro, Cálcio.

Os parâmetros sublinhados estão previstos no Regulamento (CE) N.º 2870/2000.

### 1.3. Análise estatística dos resultados

O tratamento estatístico dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes contemplou, para cada parâmetro, o cálculo do valor médio ( $\overline{DV}$ ), o desvio padrão interlaboratorial (**s interlab.**) e a Reprodutibilidade interlaboratorial (**R interlab.**).

A partir dos valores do desvio padrão da Reprodutibilidade (**s R tab (%)**) tabelados no Reg. (CE) N.º 2870/2000, calcularam-se as respectivas Reprodutibilidades (**R 2870/2000**) e a Reprodutibilidades relativas (**R (%) 2870/2000**).

Até que todos os laboratórios se encontrem dentro das especificações do regulamento CE, será utilizado um tratamento estatístico simplificado, sem apuramento de valores isolados e aberrantes.

### 1.4. Apresentação dos resultados

Os resultados obtidos pelos laboratórios participantes estão apresentados sob a forma de uma tabela e em gráficos.

## 1.5. Codificação dos resultados

Os laboratórios participantes foram codificados (Código A) de modo a ser preservado o anonimato, sendo a correspondência do código fornecida individualmente a cada laboratório.

## 1.6. Datas

Distribuição das amostras	3/5/2008 a 7/5/2008
Realização dos ensaios	3/5/2008 a 31/5/2008
Conclusão do relatório	14/7/2009

## 2. Resultados em Maio de 2008 (Ensaio DV-VB)

Laboratório	Bancada										Cromatogra										Absorção Atómica										
	TAV real (vol.)	TAV bruto (vol.)	Massa volúmica (g/ml)	Acidez total (g/hi AA)	Acidez volátil (g/hi AA)	pH	Extracto seco (g/l)	Absorção a 525 nm	Cianetos totais (mg/l)	Etanal (g/hi AA)	Acetato de etilo (g/hi AA)	Acetal (g/hi AA)	Metanol (g/hi AA)	2-Butanol (g/hi AA)	1-Propanol (g/hi AA)	Isobutanol (g/hi AA)	Álcool alílico (g/hi AA)	1-Butanol (g/hi AA)	2-Metil-1-butanol (g/hi AA)	3-Metil-1-butanol (g/hi AA)	Isoamilicos (g/hi AA)	Subst. Voláteis (g/hi AA)	Lactato de etilo (g/hi AA)	1-Hexanol (g/hi AA)	Carbamato de etilo (mg/l)	Cobre (mg/l)	Ferro (mg/l)	Cálcio (mg/l)			
A1	72,80	0,8786	82	1,0	0,200				7,7	6,8	81,9	27,1	45,6	45,1	179,9	328															
A2	72,75	0,8787	66						5,0	9,4	10,1	93,6	26,5	44,2	0,73	1,1	41,9	177,2	219,1	316	388	2,1									
A3	72,60	0,8790	10,0	10,0	4,45				4,7	9,8	9,8	91,3	27,1	45,7	0,51	1,2	42,0	183,7	225,7	328	37,6	2,0	60,0								
A4	72,77								3,1	5,2		55,0	17,2	30,0		0,6	29,5	121,5	151,0		30,4	2,0	37,1								
A5	72,82								8,2	5,7	84,6	26,6	45,3	1,0	43,7	181,1						34,2	1,7								
A6	72,82	0,8785	78						3,9	8,9	7,1	76,8	25,0	43,0		1,0	39,9	170,3	210	302	27,5					0,03				0,43	
A7	72,77	0,8786	75	7,0	5,16	0,084																								0,14	3,60
DV	<b>72,74</b>	<b>72,76</b>	<b>0,8787</b>	<b>7,3</b>	<b>8,0</b>	<b>6,0</b>	<b>0,099</b>		<b>4,2</b>	<b>8</b>	<b>7,9</b>	<b>80,5</b>	<b>24,9</b>	<b>42,3</b>	<b>0,62</b>	<b>1,0</b>	<b>40,3</b>	<b>168,9</b>	<b>201,5</b>	<b>318</b>	<b>337</b>	<b>1,9</b>	<b>48,6</b>	<b>0,09</b>						<b>2,02</b>	
S	0,09	0,08	0,0002	2,0	1,3	4,6	0,095		0,9	1,7	1,9	13,9	3,9	6,1	0,2	0,2	5,6	23,7	34,3	13	4,8	0,2	16,2	0,1						2,2	
Interlab.																															
R	0,15	0,09	0,0003	2,5	1,6	11,4	0,236		1,4	1,7	2,4	14,6	4,0	6,4	1,4	0,3	5,9	24,9	54,5	20	5,9	0,3	145,5	0,7						20,1	
Interlab.																															

### 3. Representação gráfica dos resultados para os parâmetros no mês de Maio de 2008 (DV-VB)

Legenda			
◆	Resultado aceite	— · —	Resultado médio (DV-AB)
	Barras de erro do R Interlaboratorial	—	R Reg. (CE) N°2870/2000

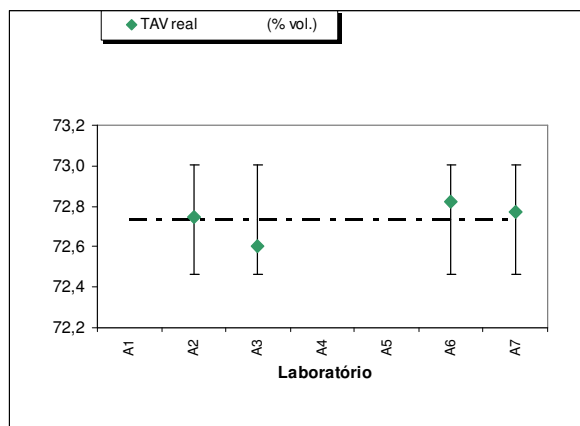


Fig. 1 - Resultados obtidos para o TAV real.

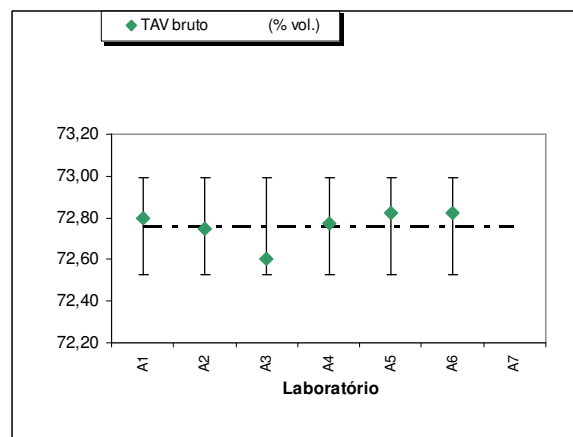


Fig. 2 - Resultados obtidos para o TAV bruto.

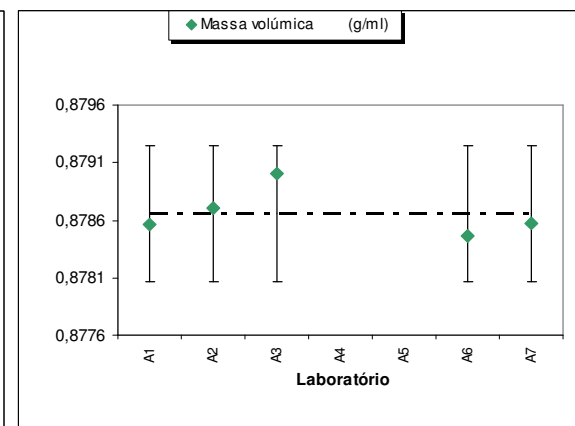


Fig. 3 - Resultados obtidos para a Massa volúmica.

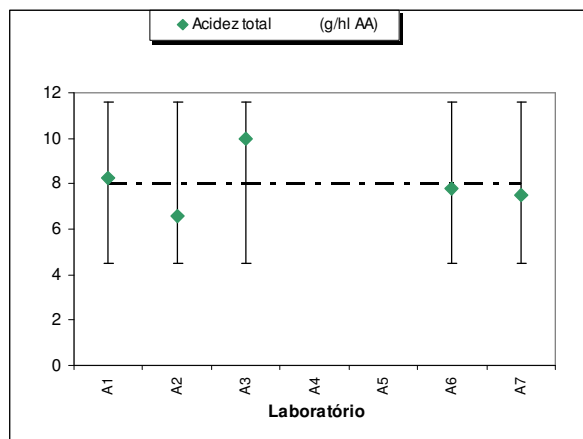


Fig. 4 - Resultados obtidos para a Acidez Total.

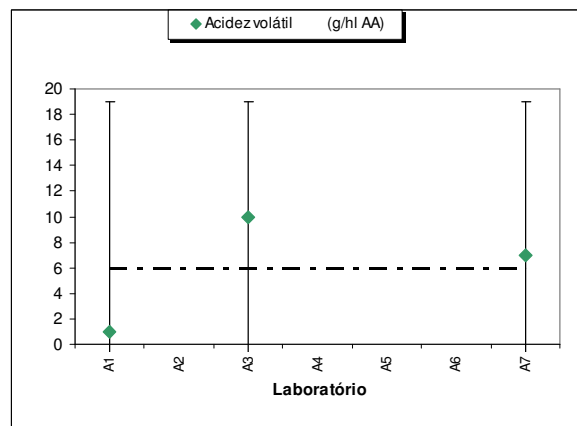


Fig. 5 - Resultados obtidos para a Acidez volátil.

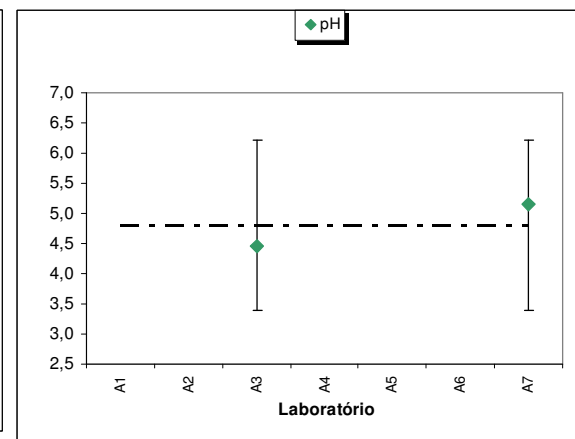


Fig. 6 - Resultados obtidos para o pH.

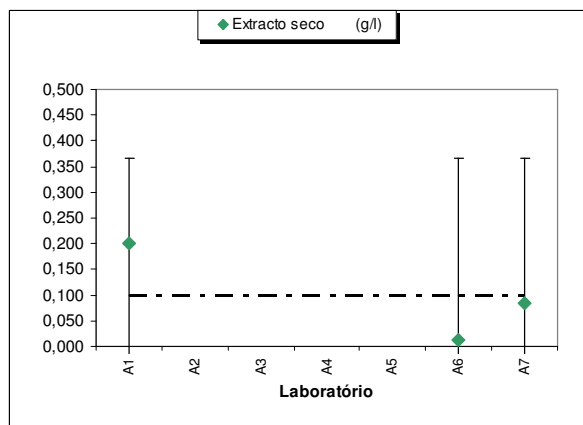


Fig. 7 - Resultados obtidos para o Extracto seco.

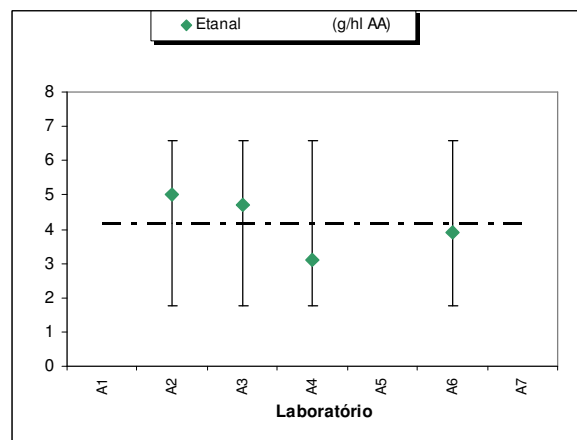


Fig. 8 - Resultados obtidos para o Etanal.

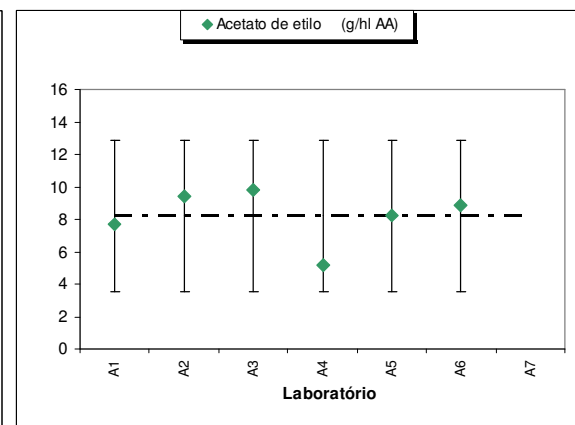


Fig. 9 - Resultados obtidos para o Acetato de etilo.

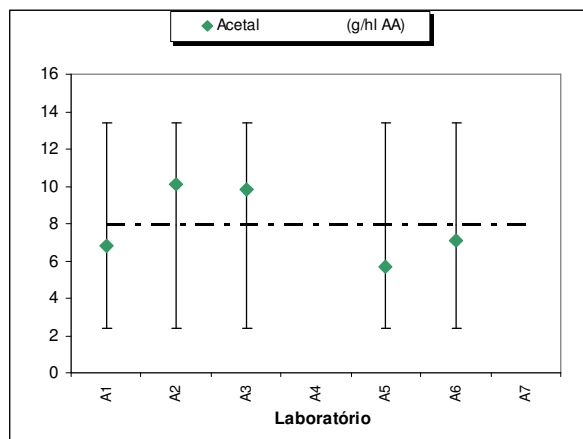


Fig. 10 - Resultados obtidos para o Acetal.

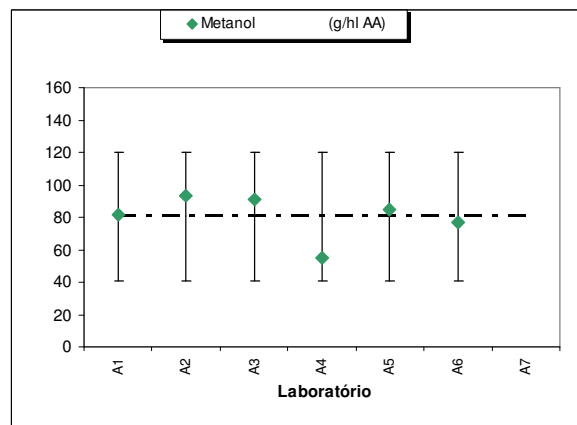


Fig. 11 - Resultados obtidos para o Metanol.

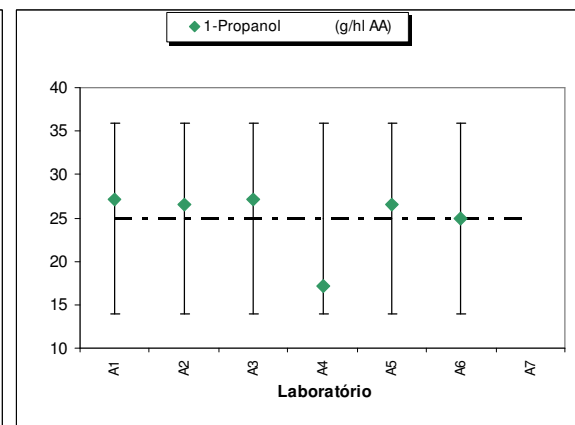


Fig. 12 - Resultados obtidos para o 1-Propanol.

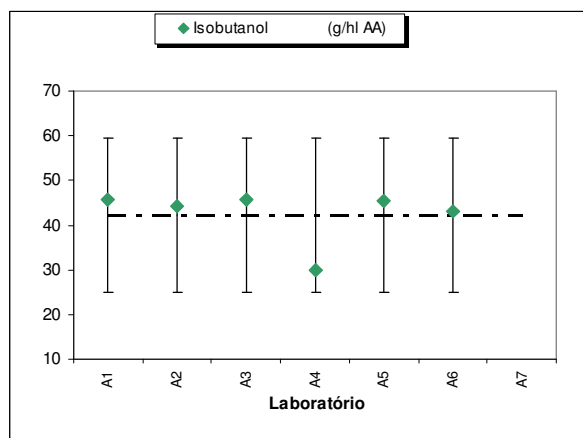


Fig. 13 - Resultados obtidos para o Isobutanol.

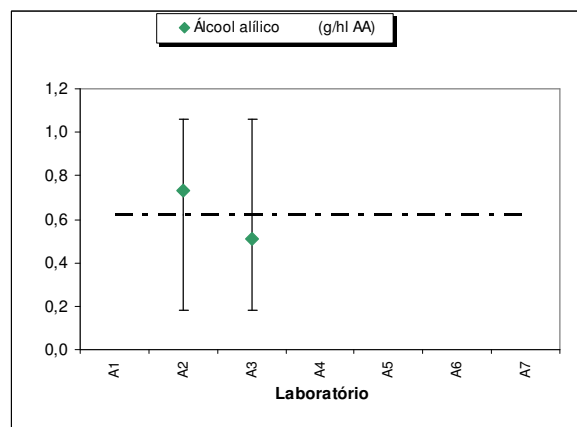


Fig. 14 - Resultados obtidos para o Álcool alílico.

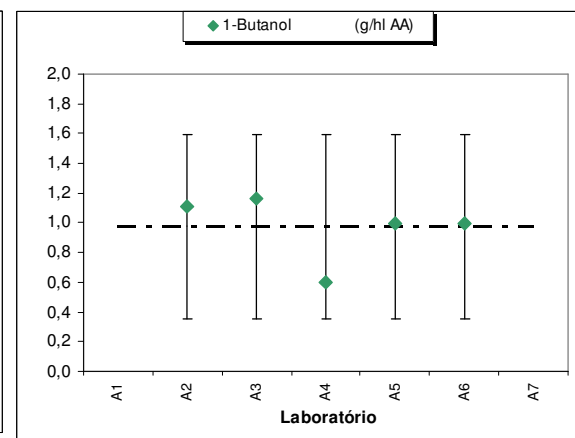


Fig. 15 - Resultados obtidos para o 1-Butanol.

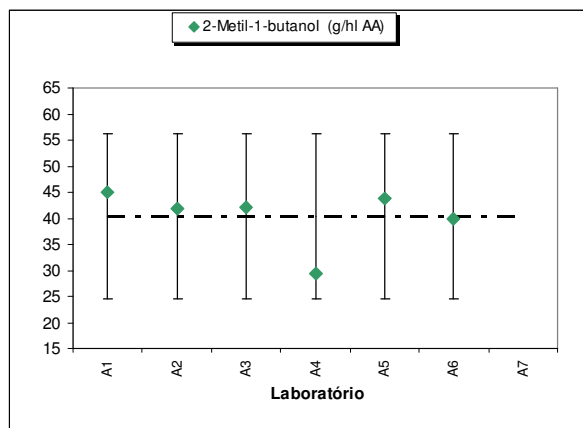


Fig. 16 - Resultados obtidos para o 2-Metil-1-Butanol

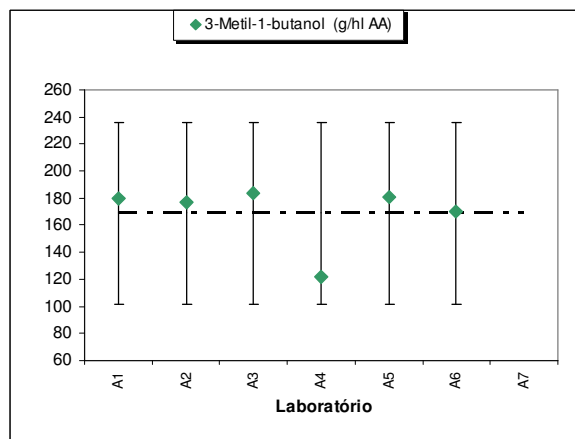


Fig. 17 - Resultados obtidos para o 3-Metil-1-Butanol.

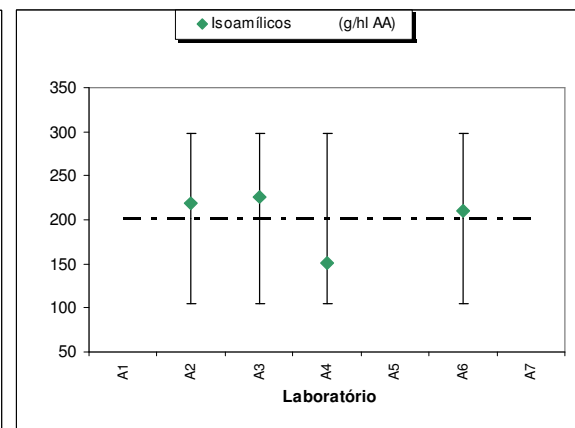


Fig. 18 - Resultados obtidos para o Isoamílicos.

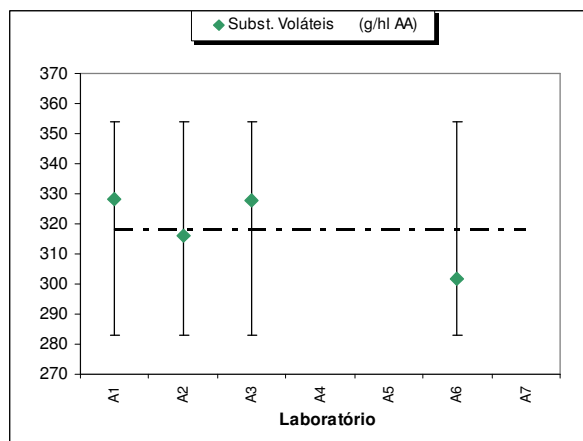


Fig. 19 - Resultados obtidos para o Subst. Voláteis.

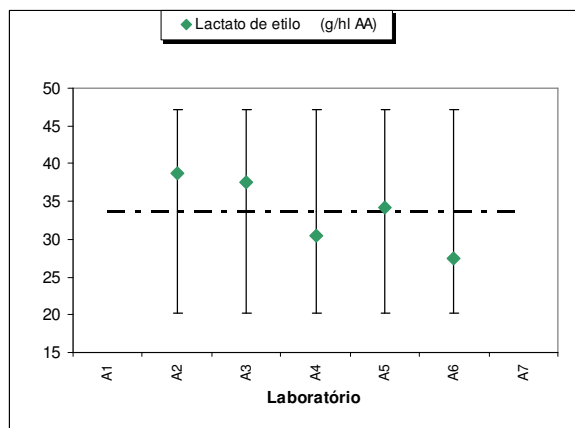


Fig. 20 - Resultados obtidos para o Lactato de etilo.

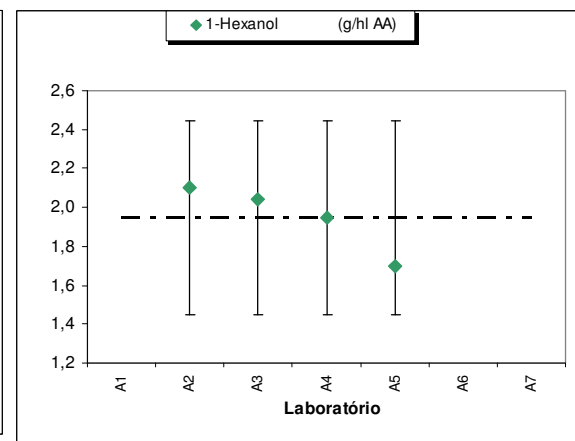


Fig. 21 - Resultados obtidos para o 1-Hexanol.

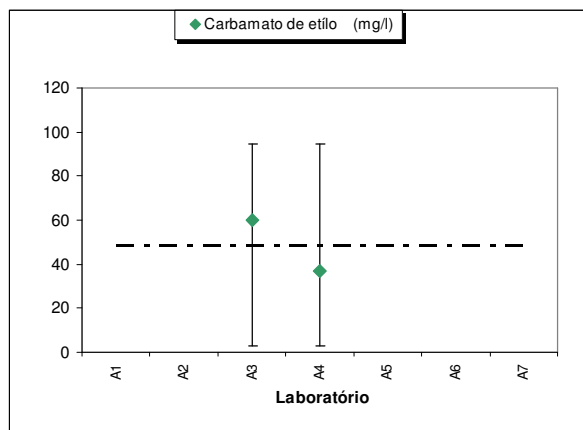


Fig. 22 - Resultados obtidos para o Carbamato de etilo.

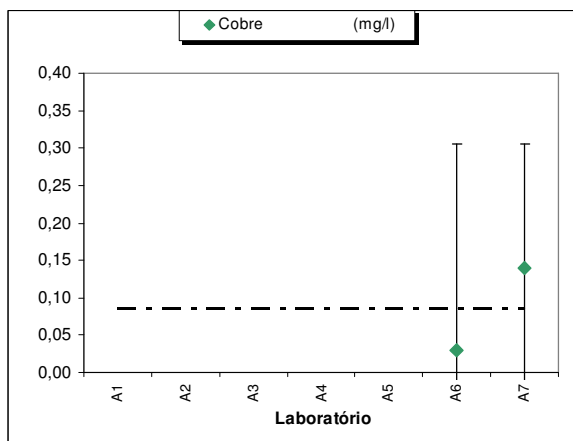


Fig. 23 - Resultados obtidos para o Cobre.

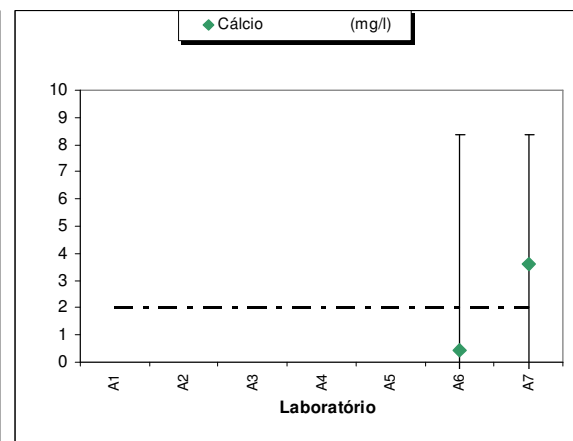


Fig. 24 - Resultados obtidos para o Cálcio.

#### 4. Análise dos Resultados

No decurso deste ensaio interlaboratorial, foi analisado uma aguardente vínica “branca” com um elevado título alcoométrico ( $> 70$  % vol.). Este produto não se encontra abrangido pelo Regulamento (CE) N.º 2870/2000 em termos das características de validação do método e, conseqüentemente, não existem valores publicados para os limites de reprodutibilidade (R). Por esta razão, não se representam barras referenciais de comparação em relação aos limites de reprodutibilidade.

Após a análise dos dados obtidos, considera-se que se justifica apontar as seguintes situações:

Em relação à determinação do título alcoométrico volúmico (TAV), seja bruto seja real, o laboratório A3 apresentou um desvio que ronda os 0,20 % vol. em relação aos restantes participantes, valor que justifica uma revisão atenta das condições operacionais de determinação por parte deste laboratório.

O laboratório A4, por seu lado, apresentou um desvio de ordem de, aproximadamente, 30 % abaixo dos restantes participantes para a quase totalidade dos parâmetros da cromatografia em fase gasosa. Tudo indica tratar-se de um problema de calibração analítica que requer uma análise detalhada da situação por parte deste participante.

Lamenta-se que, no presente ensaio, a determinação de pH, álcool alílico, carbamato de etilo, cobre e cálcio tenha contado apenas com a participação de dois laboratórios, situação que se espera possa melhorar no futuro.