

CIRCUITO INTERLABORATORIAL DE VINHOS PORTUGUESES

DESTILADO VÍNICO (DV)

MARÇO / 2010

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.

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

Consellería do Medio Rural - Estación de Viticultura e Enoloxía de Galicia (EVEGA)
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

Instituto Nacional de Recursos Biológicos, IP
Portugal

SCL, Service Commun des Laboratoires
França

Symington - Vinhos S. A.
Portugal

I. Procedimento

I.1. Amostras

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

I.2. Metodologia

I.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.

I.3. Análise estatística dos resultados

No tratamento estatístico efectuou-se uma análise de valores aberrantes através do teste de Grubbs (teste simples e duplo). Após eliminação de aberrantes calculou-se para cada parâmetro o valor médio (DV), o desvio padrão interlaboratorial (**s interlab.**) e a Reprodutibilidade interlaboratorial (**R interlab.**).

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

Para todas as variantes foram calculados os valores de z-score e apresentados sob a forma de tabelas.

O z-score é um indicador da performance analítica de um laboratório e pode ser interpretado da seguinte forma (Selection, use and interpretation of proficiency testing schemes by laboratories – 2000; www.eurachem.ul.pt) :

$|z| < 2$ é considerado satisfatório

$2 \leq |z| \leq 3$ é considerado questionável

$|z| > 3$ é considerado insatisfatório

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	1/3/2010 a 5/3/2010
Realização dos ensaios	1/3/2010 a 31/3/2010
Conclusão do relatório	13/10/2010

2. Resultados em Março de 2010 (Ensaio DV-VE)

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)	Isoamílicos (g/hi AA)	Subst. Voláteis (g/hi AA)	Lactato de etilo (g/hi AA)	1-Hexanol (g/hi AA)	Carbarnato de etilo (mg/l)	Cobre (mg/l)	Ferro (mg/l)	Cálcio (mg/l)			
A1	37,80	34,54	0,9562			12,3			11,7	18,3	4,7	76	2,9	28,5	44,0	2,90	3,0	40,6	146,5			301									
A2	37,50	34,30	0,9566			6,00	13,8	1,021	7,9	19,9	6,5	86	1,0	26,2	41,8	0,09	2,2	38,5	142,3	180,8	321	26,0	1,6		0,36	0,09	11,10				
A3	38,06		0,9565			6,86		0,020																		0,79	0,01	11,98			
A4	37,60								12,1	16,5		74		28,9	45,2		2,1			192											
A5	38,00	34,60	0,9562			6,74			16,0	19,5	5,7	82	1,3	30,6	46,0	0,40	3,0	41,3	152,3					1,8	0,68		12,40				
A6	37,96	34,56	0,9562	4,0	4,0	13,6			15,5	17,8	5,5	76	1,4	29,2	45,8	0,40	2,2	42,5	152,5	195,0	313	24,8			0,51	0,01	8,40				
A7	37,96		0,9562	4,7		6,84			12,0	18,5	10,0	72	1,5	29,0	46,0		2,0	43,0	154,0	197,0	324	14,4	1,5		0,70	0,02	11,10				
A8	37,94	34,53				13,2			12,8	17,1	4,3	77	1,2	28,6	42,7		2,3	41,7	147,7				23,8	1,6							
DV	37,85	34,51	0,9563	4,4	4,0	6,61	13,2	0,521	12,6	18	6,1	77,6	1,3	28,7	44,5	0,95	2,4	41,3	149,2	191,3	315	22,2	1,6		0,61	0,03	11,00				
S Interlab.	0,20	0,12	0,0002			0,41	0,7	0,708	2,7	1,2	2,1	4,8	0,2	1,3	1,7	1,3	0,4	1,6	4,5	7,2	10	5,3	0,1		0,2	0,0	1,6				
R Interlab.	0,17	0,15	0,0002			0,65	1,0	6,359	2,5	1,1	2,2	4,5	0,2	1,2	1,6	2,1	0,4	1,7	4,7	11,5	16	8,4	0,2		0,2	0,1	1,9				
s R tab(%)	0,2%	0,2%				1,6%			18,9%	6,6%	12,1%	3,9%	15,2%	6,1%	5,1%		15,7%	6,6%	6,5%												
R 2878/2000	0,18	0,17				0,6			6,7	3,4	2,1	8,6	0,5	5,0	6,4		1,1	7,7	27,4												
R (%) 2878/2000	0,5%	0,5%				4,5%			53,5%	18,7%	34,2%	11,0%	43,0%	17,3%	14,4%		44,4%	18,7%	18,4%												

Resultados de z-score

Laboratório	Bancada										Cromatogra										Absorção Atómica											
	TAV real (vol.)	TAV bruto (vol.)	Massa volúmica (g/ml)	Acidez total (g/hl AA)	Acidez volátil (g/hl AA)	pH	Extracto seco (g/l)	Absorção a 525 nm	Cianetos totais (mg/l)	Etanal (g/hl AA)	Acetato de etilo (g/hl AA)	Acetal (g/hl AA)	Metanol (g/hl AA)	2-Butanol (g/hl AA)	1-Propanol (g/hl AA)	Isobutanol (g/hl AA)	Álcool alílico (g/hl AA)	1-Butanol (g/hl AA)	2-Metil-1-butanol (g/hl AA)	3-Metil-1-butanol (g/hl AA)	Isoamílicos (g/hl AA)	Subst. Voláteis (g/hl AA)	Lactato de etilo (g/hl AA)	1-Hexanol (g/hl AA)	Carbamato de etilo (mg/l)	Cobre (mg/l)	Ferro (mg/l)	Cálcio (mg/l)				
A1	-0,26	0,29	-0,60	1,28	-1,38		-1,39		-0,32	0,06	-0,68	-0,34	8,40	-0,15	-0,29	1,49	1,43	-0,41	-0,60													
A2	-1,74	-1,74	1,46			-1,49	0,88	0,71	-1,74	1,37	0,19	1,74	-1,38	-1,91	-1,58	-0,65	-0,46	-1,73	-1,54	-1,45	0,61	0,71	0,00			-1,44	1,49	0,07				
A3	1,02		1,10			0,61		-0,71																			1,06	-0,58	0,63			
A4	-1,25								-0,16	-1,41	-0,65			0,12	0,38		-0,70			0,14												
A5	0,73	0,80	-0,81	0,67	0,34	0,32			1,28	1,04	-0,20	0,95	0,16	1,46	0,88	-0,42	1,43	0,02	0,69				1,19			0,42		0,90				
A6	0,53	0,46	-0,55	-1,11	0,05		0,53		1,07	-0,35	-0,29	-0,37	0,58	0,35	0,79	-0,42	-0,55	0,76	0,74	0,52	0,18	0,48				-0,57	-0,58	-1,67				
A7	0,53		-0,60	-0,82		0,56			-0,21	0,23	1,89	-1,17	1,19	0,23	0,88		-0,91	1,09	1,06	0,79	0,90	-1,48	-1,26			0,54	-0,32	0,07				
A8	0,44	0,20		-0,03	0,99		-0,03		0,08	-0,94	-0,90	-0,17	-0,56	-0,10	-1,05		-0,25	0,27	-0,35				0,29	0,07								

3. Representação gráfica dos resultados para os parâmetros no mês de Março de 2010 (DV-VE)

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

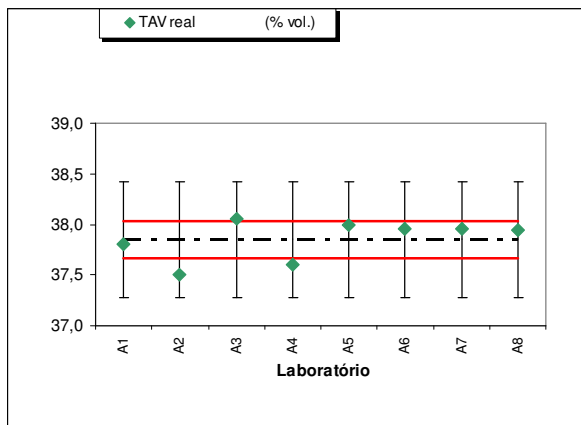


Fig. 1 - Resultados obtidos para o TAV real.

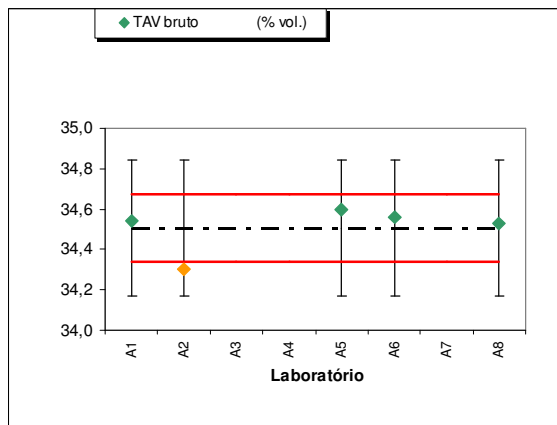


Fig. 2 - Resultados obtidos para o TAV bruto.

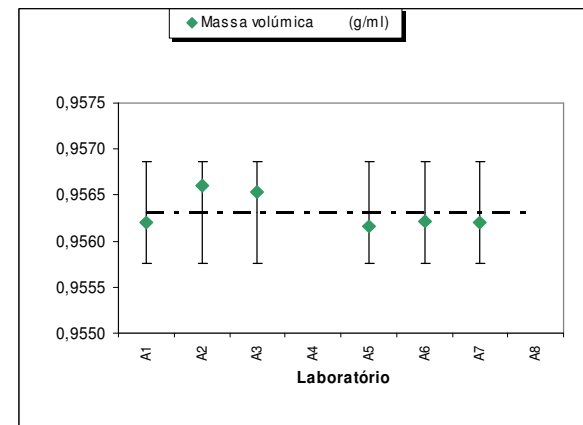


Fig. 3 - Resultados obtidos para a Massa volúmica.

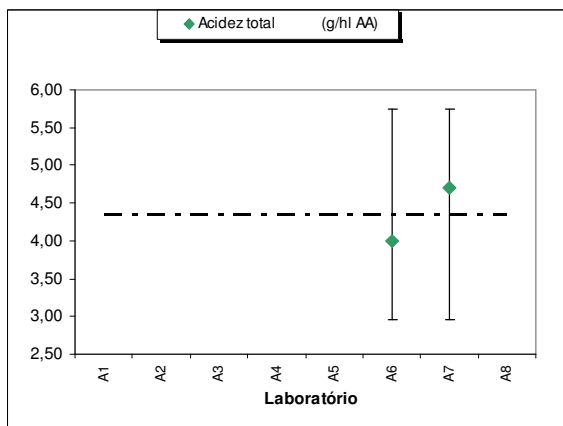


Fig. 4 - Resultados obtidos para a Acidez Total.

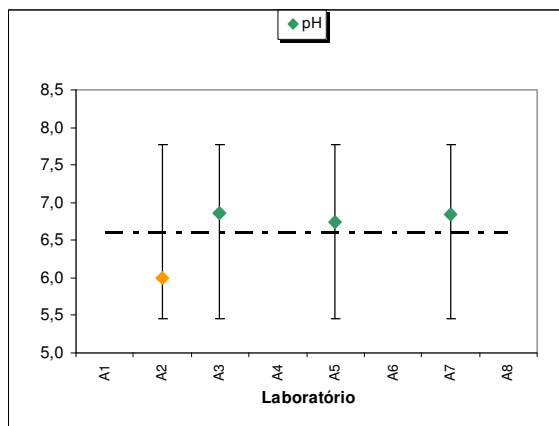


Fig. 5 - Resultados obtidos para o pH.

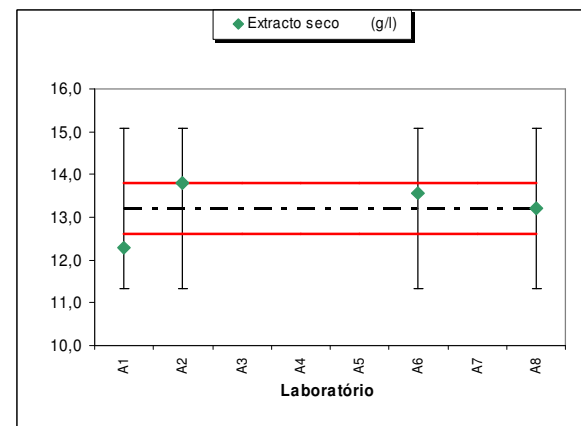


Fig. 6 - Resultados obtidos para o Extracto seco.

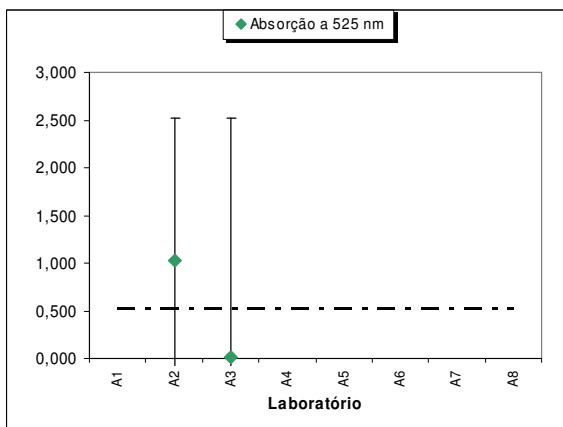


Fig. 7 - Resultados obtidos para o Absorção a 525 nm.

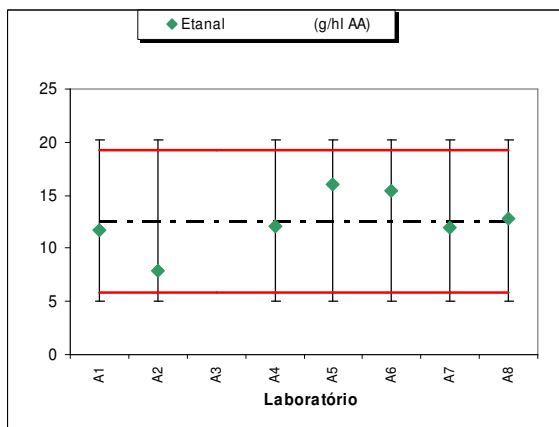


Fig. 8 - Resultados obtidos para o Etanal.

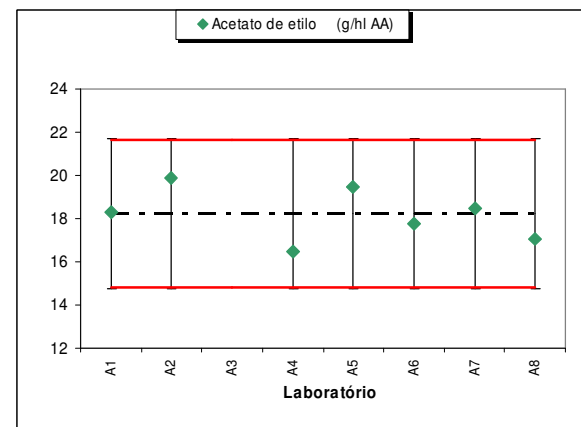


Fig. 9 - Resultados obtidos para o Acetato de etilo.

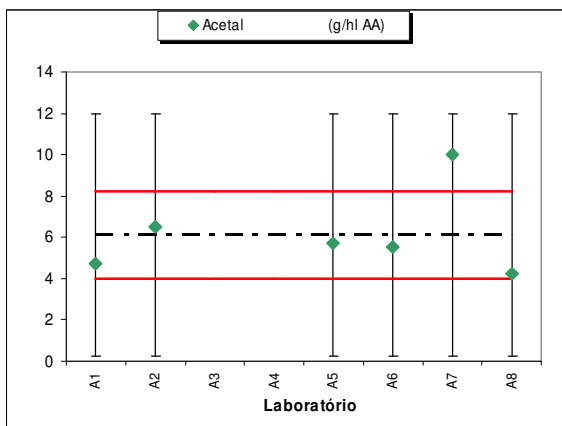


Fig. 10 - Resultados obtidos para o Acetal.

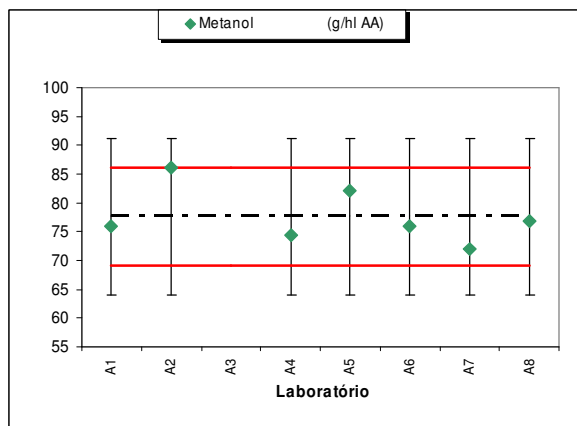


Fig. 11 - Resultados obtidos para o Metanol.

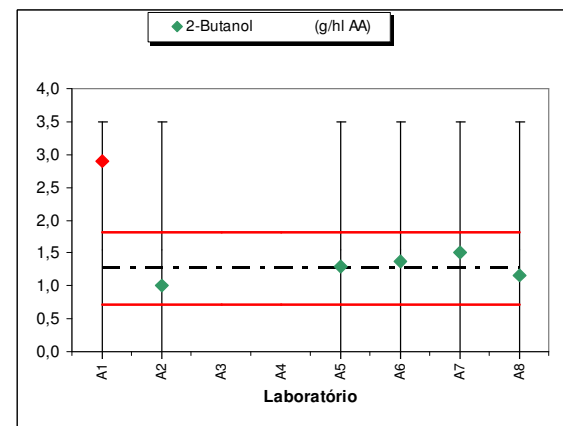


Fig. 12 - Resultados obtidos para o 2-Butanol.

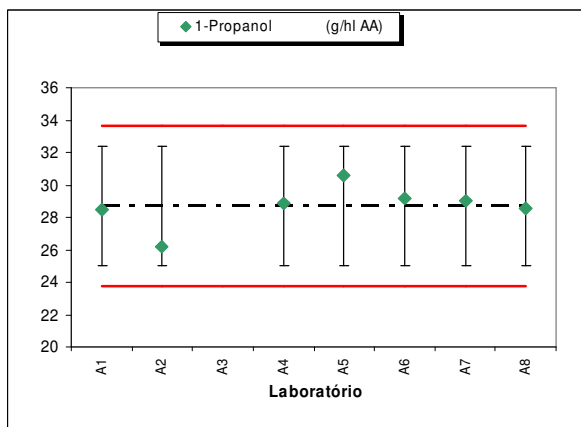


Fig. 13 - Resultados obtidos para o 1-Propanol.

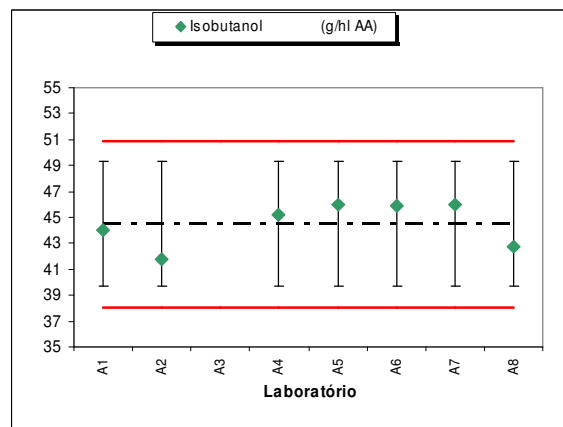


Fig. 14 - Resultados obtidos para o Isobutanol.

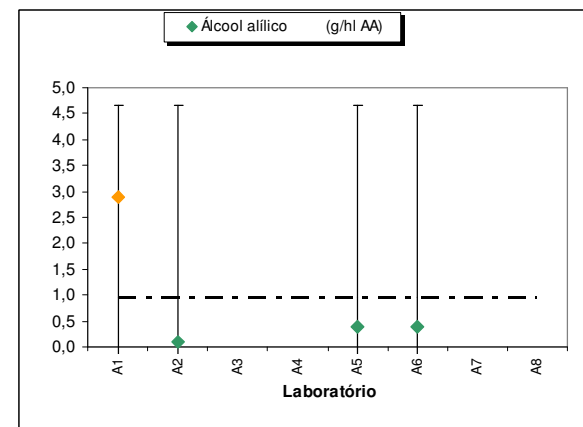


Fig. 15 - Resultados obtidos para o Álcool Alílico.

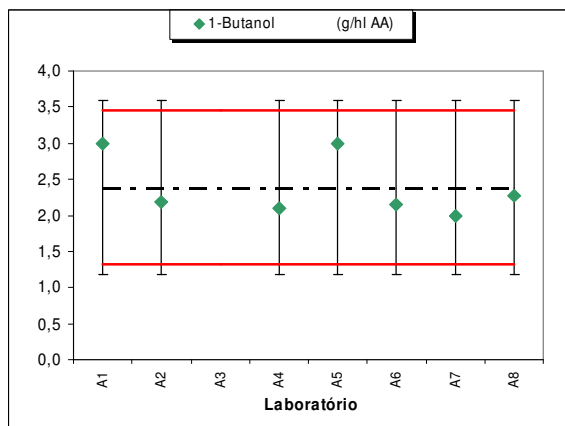


Fig. 16 - Resultados obtidos para o 1-Butanol.

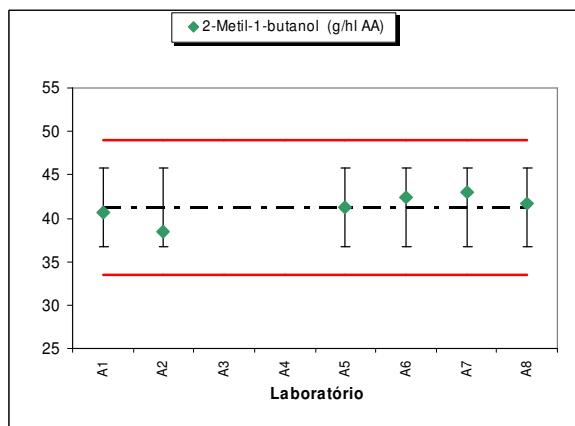


Fig. 17 - Resultados obtidos para o 2-Metil-1-Butanol.

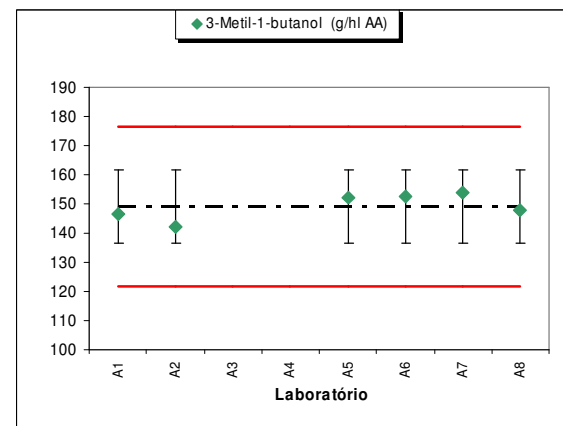


Fig. 18 - Resultados obtidos para o 3-Metil-1-Butanol.

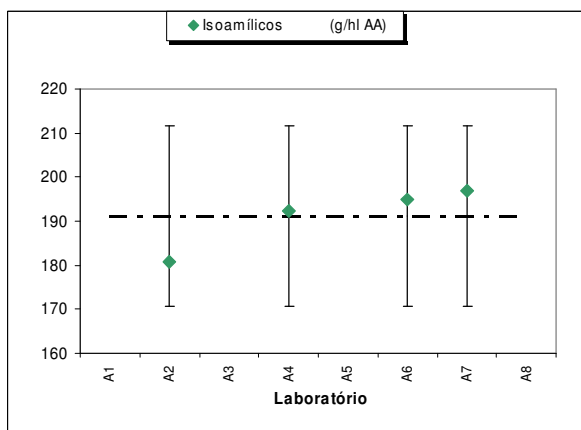


Fig. 19 - Resultados obtidos para o Isoamílicos.

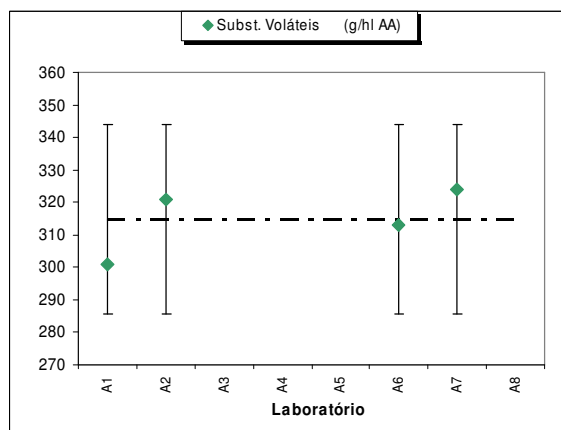


Fig. 20 - Resultados obtidos para o Subst. Voláteis.

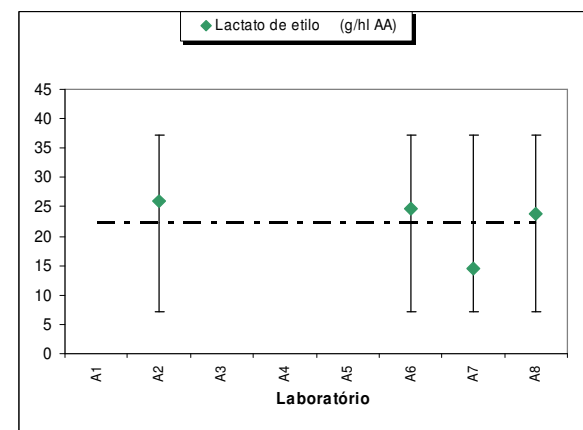


Fig. 21 - Resultados obtidos para o Lactato de etilo.

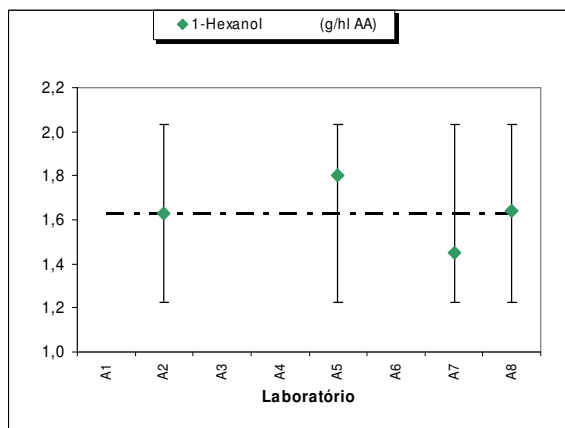


Fig. 22 - Resultados obtidos para o l-Hexanol.

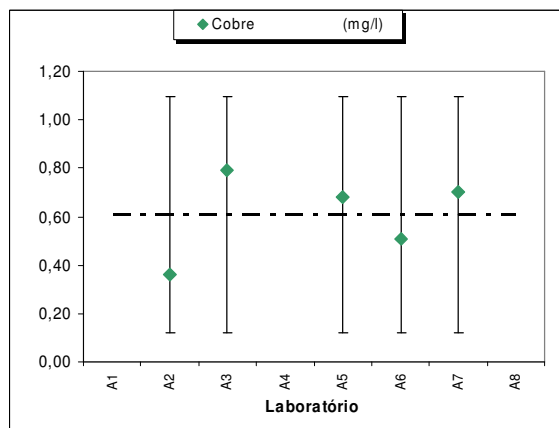


Fig. 23 - Resultados obtidos para o Cobre.

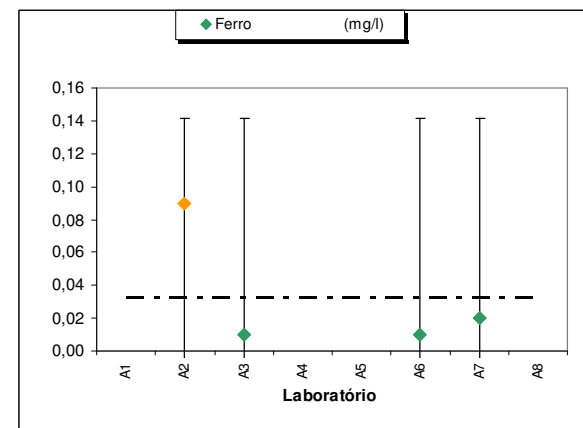


Fig. 24 - Resultados obtidos para o Ferro.

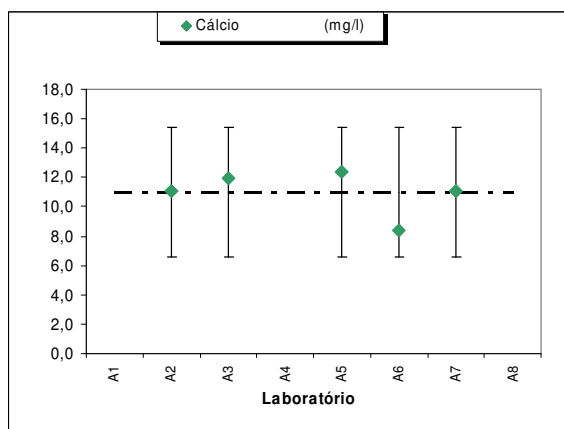


Fig. 25 - Resultados obtidos para o Cálcio.