

CIRCUITO INTERLABORATORIAL DE VINHOS PORTUGUESES

DESTILADO VÍNICO (DV)

OUTUBRO / 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

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	1/10/2010 a 8/10/2010
Realização dos ensaios	1/10/2010 a 31/10/2010
Conclusão do relatório	14/12/2010

Resultados de z-score

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)	Etanol (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)	Isomilicos (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	-1,31	-0,67	-0,14	-0,64	-0,36	-1,09	-1,13			1,12	0,45	-0,63	0,10	-0,10	-0,50	-1,69		0,46	1,04	-1,50				-0,73	-0,71		-1,30	1,29	1,50	
A2		0,20		1,64		-0,52	0,87																					-0,27	-1,11	-0,52
A3		1,26	-0,48	-0,19	-0,10	-0,61		0,36		0,63	0,21	-0,71	1,56	1,15	1,26	0,25		0,87	0,51	0,85		-0,71					0,81			
A4										0,22	-1,39	-0,21	-1,49	0,33	0,29	0,41		-0,09	-0,35	0,44	0,47		1,14	0,71						
A5		-0,30		-0,19	-0,21		0,22			0,47	0,15	1,74	0,24	-0,06	-1,64	-0,60		-0,09	-1,55	-0,53	-1,51						0,76	-0,31	-0,58	
A6		0,96	1,15	-1,11	-0,77	1,49		0,77		-1,02	1,44	-0,19	0,10	0,49	0,62	1,15		0,73	0,35	0,73	1,22	0,71	-0,41				0,13	-0,40		
A7		-0,81			1,72					-1,42	-0,86		-0,51		-0,03	0,49		-1,87			-0,09									

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

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

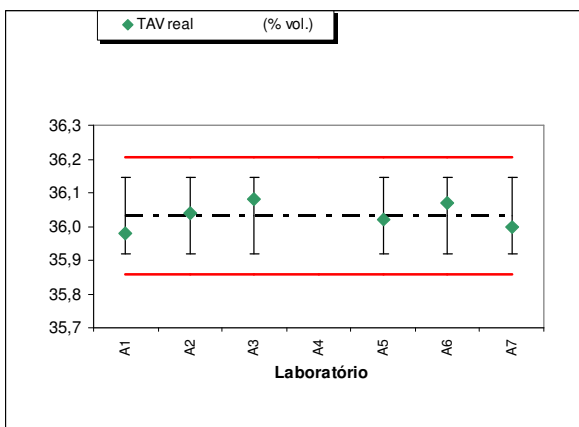


Fig. 1 - Resultados obtidos para o TAV real.

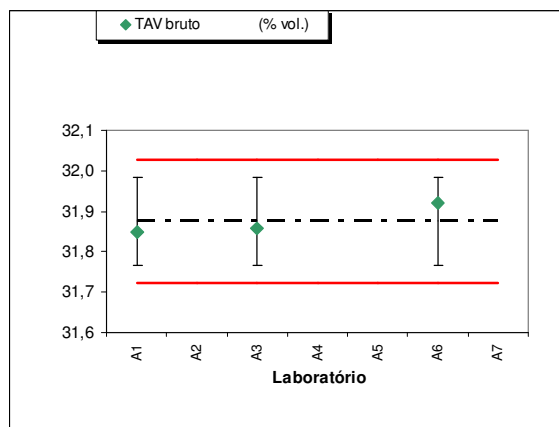


Fig. 2 - Resultados obtidos para o TAV bruto.

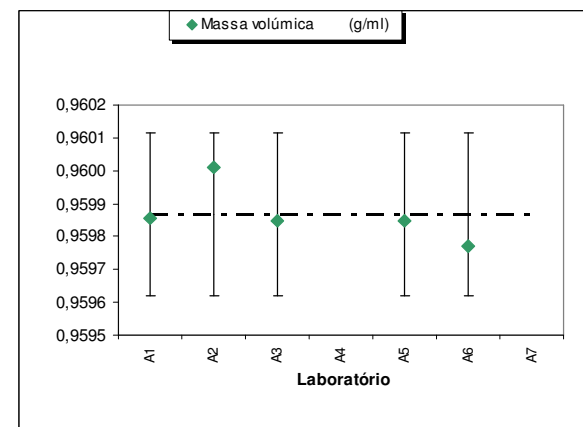


Fig. 3 - Resultados obtidos para a Massa volúmica.

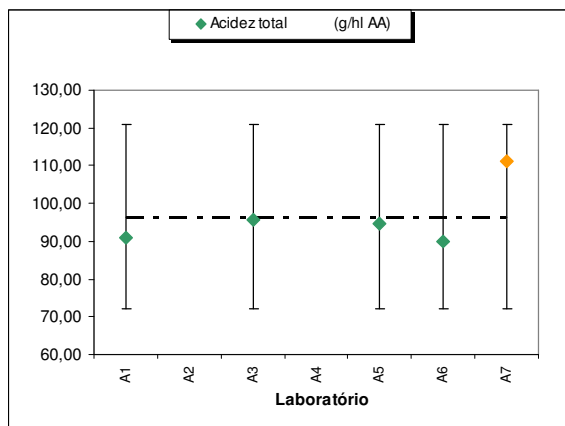


Fig. 4 - Resultados obtidos para a Acidez Total.

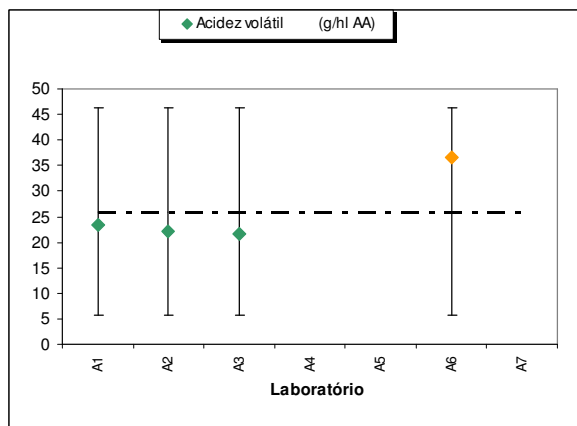


Fig. 5 - Resultados obtidos para a Acidez Volátil.

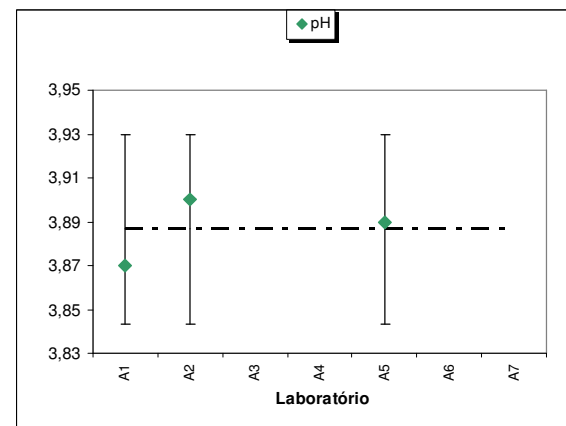


Fig. 6 - Resultados obtidos para o pH.

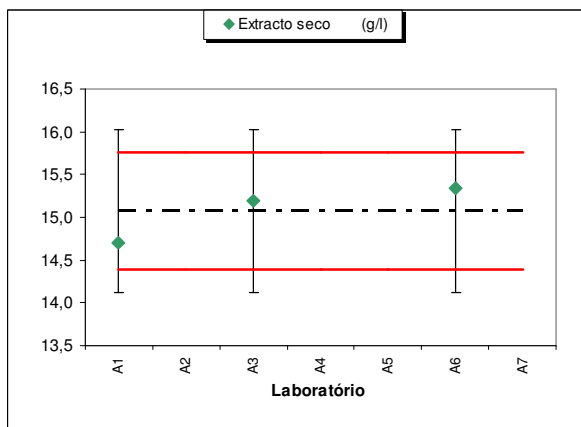


Fig. 7 - Resultados obtidos para o Extracto seco.

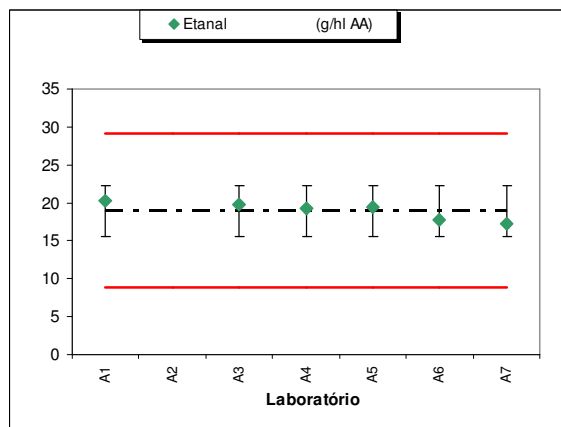


Fig. 8 - Resultados obtidos para o Etanal.

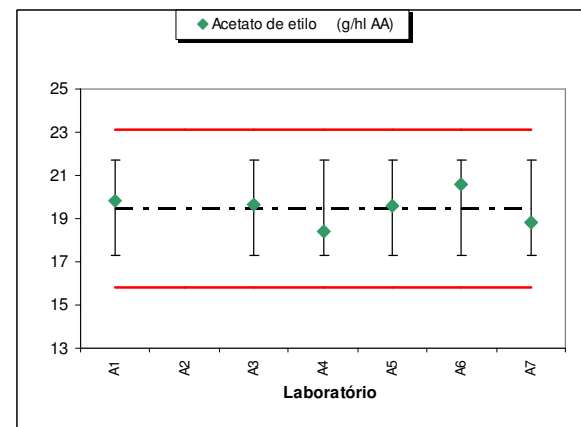


Fig. 9 - Resultados obtidos para o Acetato de etilo.

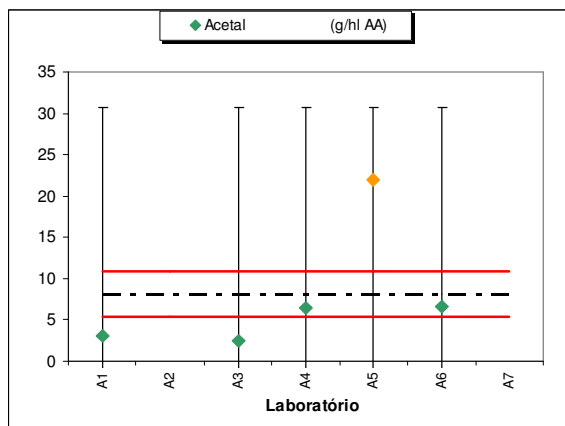


Fig. 10 - Resultados obtidos para o Acetal.

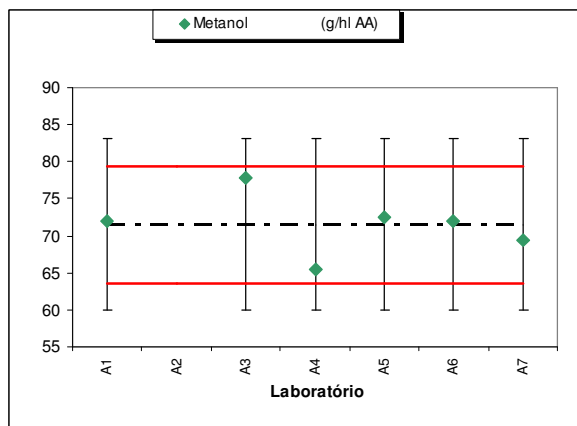


Fig. 11 - Resultados obtidos para o Metanol.

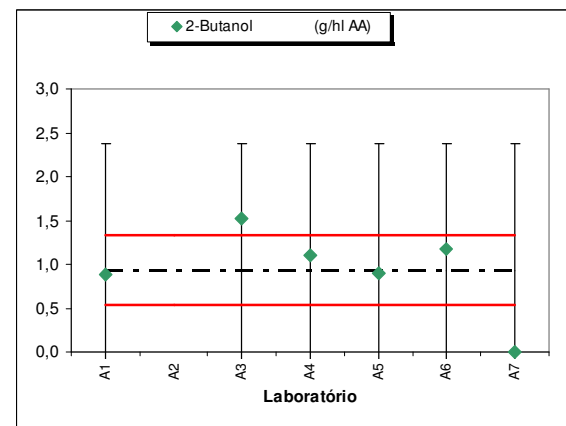


Fig. 12 - Resultados obtidos para o 2-Butanol.

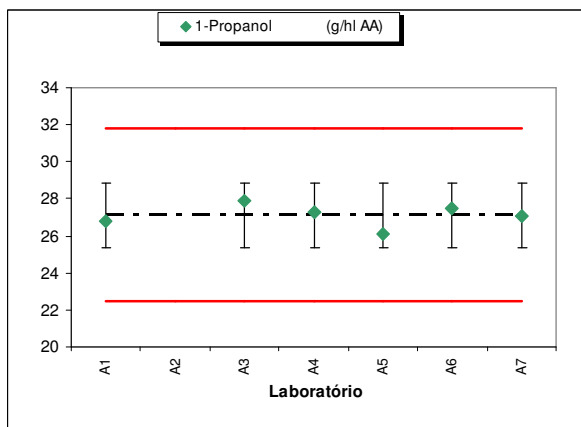


Fig. 13 - Resultados obtidos para o 1-Propanol.

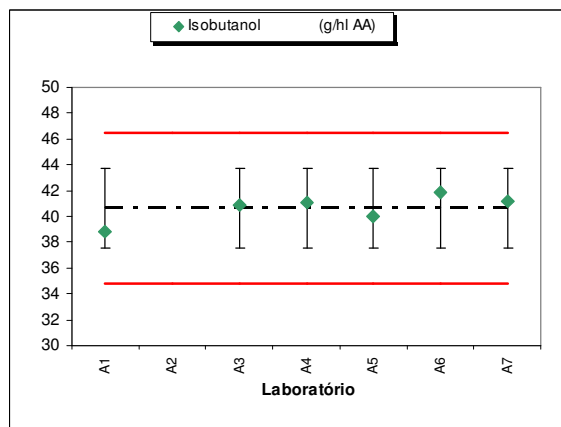


Fig. 14 - Resultados obtidos para o Isobutanol.

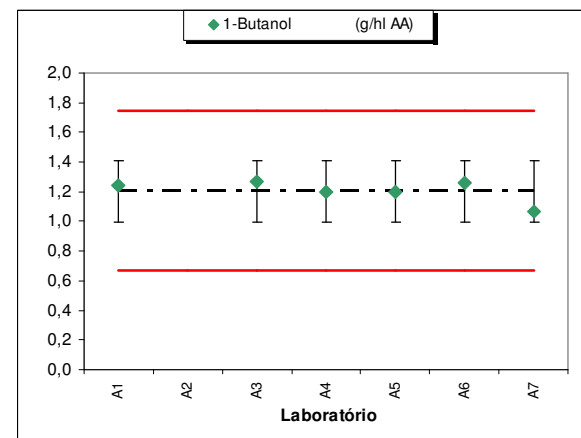


Fig. 15 - Resultados obtidos para o 1-Butanol.

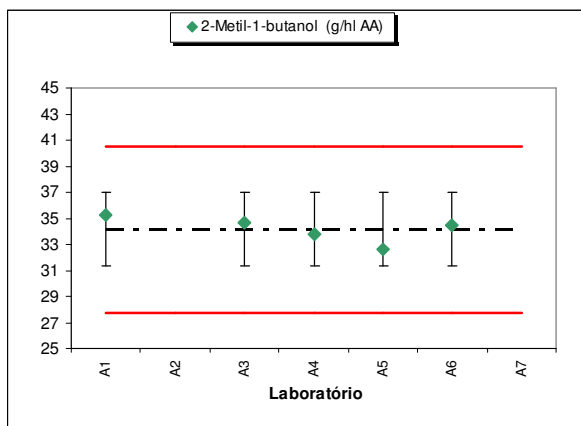


Fig. 16 - Resultados obtidos para o 2-Metil-1-Butanol.

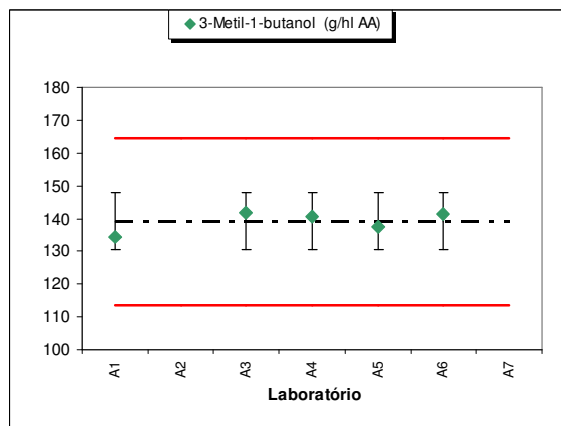


Fig. 17 - Resultados obtidos para o 3-Metil-1-Butanol.

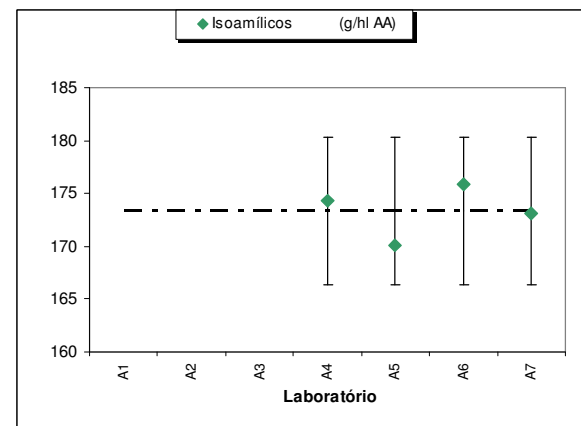


Fig. 18 - Resultados obtidos para o Isoamílicos.

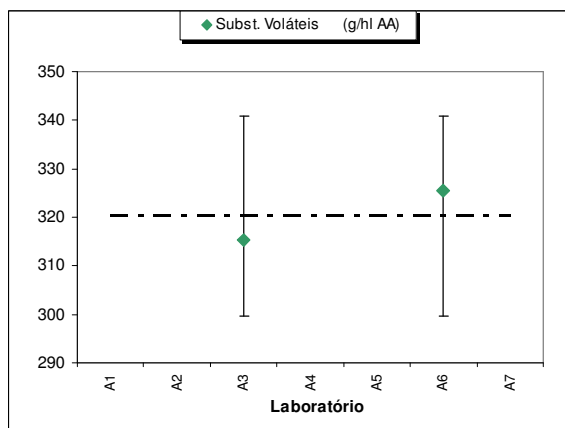


Fig. 19 - Resultados obtidos para o Subst. Voláteis.

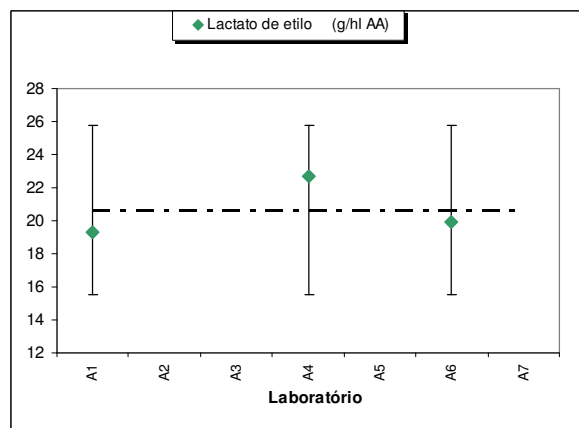


Fig. 20 - Resultados obtidos para o Lactato de etilo.

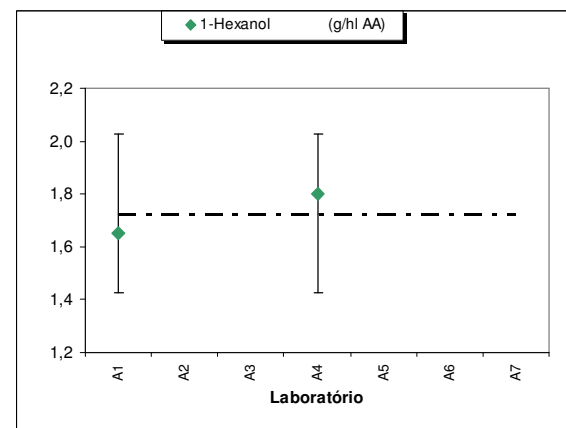


Fig. 21 - Resultados obtidos para o 1-Hexanol.

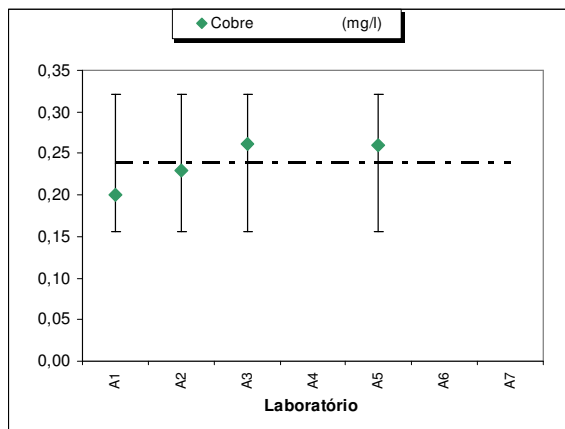


Fig. 22 - Resultados obtidos para o Cobre.

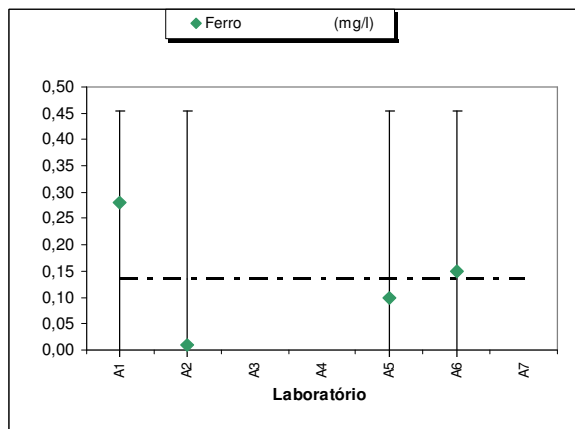


Fig. 23 - Resultados obtidos para o Ferro.

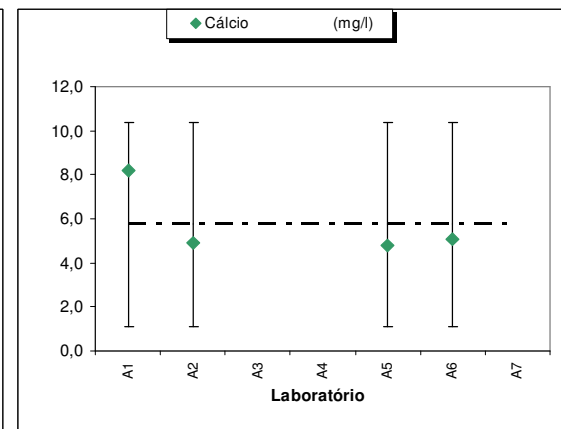


Fig. 24 - Resultados obtidos para o Cálcio.

if