

**REVISÃO DA METODOLOGIA ANALÍTICA DE  
DETERMINAÇÃO DO EXTRATO SECO DE VINHO**



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA**

Vinculada ao Ministério da Agricultura

Unidade de Execução de Pesquisa de Âmbito Estadual de Bento Gonçalves -

UEPAE de Bento Gonçalves

Bento Gonçalves, RS

**BOLETIM DE PESQUISA Nº 2**

ISSN 0101-7764  
Junho, 1984

**REVISÃO DA METODOLOGIA ANALÍTICA DE  
DETERMINAÇÃO DO EXTRATO SECO DE VINHO**

João Giugliani Filho  
Gildo Almeida da Silva  
Maria Angela Amazonas Almeida da Silva



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA**

Vinculada ao Ministério da Agricultura

Unidade de Execução de Pesquisa de Âmbito Estadual de Bento Gonçalves -

UEPAE de Bento Gonçalves

Bento Gonçalves, RS

Exemplares desta publicação podem ser solicitados à:  
UEPAE de Bento Gonçalves  
Rua Livramento, 515  
Telefone: (054) 252-2144  
Telex: (0543) 871  
Caixa Postal 130  
95700 Bento Gonçalves, RS

Tiragem: 1000 exemplares

Comitê de Publicações:

Jorge Tonietto (Presidente)  
Amaury Felisberto Dal Conte  
Gildo Almeida da Silva  
Loiva Maria de Mello Freire  
Maria Regina Cunha Martins  
Sadi Manfredini

**Giugliani Filho, João**

Revisão da metodologia analítica de determinação do extrato seco de vinho, por João Giugliani Filho, Gildo Almeida da Silva e Maria Angela Amazonas Almeida da Silva. Bento Gonçalves, EMBRAPA-UEPAE de Bento Gonçalves, 1984.

20p. (EMBRAPA-UEPAE de Bento Gonçalves. Boletim de Pesquisa, 2).

1. Vinho - Extrato seco. I. Silva, G.A. da. II. Silva, M.A.A.A. da. III. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Unidade de Execução de Pesquisa de Âmbito Estadual de Bento Gonçalves, RS. IV. Título. V. Série.

CDD: 663.2

## **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem ao Dr. João Gilberto Corrêa da Silva, do Departamento de Métodos Quantitativos - DMQ/EMBRAPA, pela valiosa colaboração prestada na análise estatística dos dados.

## SUMÁRIO

	Pág.
Resumo.....	7
Abstract.....	8
Introdução.....	9
Material e Métodos.....	10
Resultados.....	11
Discussão.....	16
Conclusão.....	18
Referências Bibliográficas.....	19

# REVISÃO DA METODOLOGIA ANALÍTICA DE DETERMINAÇÃO DO EXTRATO SECO DE VINHO

João Giugliani Filho<sup>1</sup>  
Gildo Almeida da Silva  
Maria Angela Amazonas Almeida da Silva<sup>2</sup>

**RESUMO** - O método oficial brasileiro para determinação do extrato seco de vinho segue o processo de evaporação a 100°C até peso constante. As empresas vinícolas, por sua parte, afirmam que esta metodologia leva a relações álcool em peso/extrato seco reduzido cujos valores não se enquadram nos limites legais. Para constatar este fato, a metodologia foi revista e comparada com um método alemão que também se baseia na evaporação a 100°C, porém não exige secagem até peso constante. Foi feita, ainda, uma comparação com o extrato seco obtido por evaporação do vinho em banho-maria a 100°C por três horas, pois este procedimento constitui o que vem sendo adotado na prática. Foram encontradas diferenças significativas entre os métodos, verificando-se que pela metodologia brasileira os vinhos testados não mantiveram suas relações álcool em peso/extrato seco reduzido dentro dos limites legais, enquanto que pelos demais métodos os vinhos se enquadraram em tais limites. Concluiu-se que a metodologia brasileira é falha, recomendando-se sua substituição de acordo com a compilação de métodos internacionais de análises de vinhos.

**Termos para indexação:** vinho, extrato seco, relação álcool em peso/extrato seco reduzido.

---

<sup>1</sup> Eng.º Agr.º, M.Sc., EMBRAPA/Unidade de Execução de Pesquisa de Âmbito Estadual de Bento Gonçalves (UEPAE de Bento Gonçalves), Caixa Postal 130, CEP 95700 Bento Gonçalves, RS.

<sup>2</sup> Bioméd., M.Sc., EMBRAPA/Unidade de Execução de Pesquisa de Âmbito Estadual de Bento Gonçalves (UEPAE de Bento Gonçalves), Caixa Postal 130, CEP 95700 Bento Gonçalves, RS.

## A REVIEW OF THE ANALYTICAL METHODOLOGY OF WINE DRY EXTRACT DETERMINATION

**ABSTRACT** - The Brazilian official method to determine the dry extract of wine uses the process of evaporation at 100°C until constant weight. Wine-growers affirm that this methodology produces rates of alcohol in weight/reduced dry extract that go beyond the legal limits. The methodology was reviewed and compared with a German method that is also based on evaporation at 100°C, but doesn't require the drying process until constant weight. It was also made a comparison with the dry extract gotten after three hours of evaporation in a water bath, that is, the procedure used in practising. The results showed significant differences among the **methods. The wines tested didn't fall under legal limits when the Brazilian method was used contrarywise to what occurred with the other methods.** In short, the Brazilian method is faulty and it is recommended to be replaced according to the compilation of international methods of wine analysis.

Index terms: wine, dry extract, alcohol in weight/reduced dry extract rate.

## INTRODUÇÃO

O extrato seco do vinho é composto pelas substâncias não voláteis presentes no mesmo, das quais fazem parte proteínas, pectinas, matérias corantes, sais minerais, açúcares, aminoácidos, polióis (glicerol e 2-3 butanodiol) e ácidos (lático, succínico e tartárico), entre outras. O glicerol representa cerca de um terço do extrato seco (Garoglio 1959), enquanto que o 2-3 butanodiol encontra-se na concentração de 0,1 a 1,6 g/l (Lee 1980) e o ácido lático, na faixa de 0,1 - 0,2% podendo atingir, em vinhos tintos, de 30 a 50% (Amerine & Ough 1976).

Os métodos de determinação do extrato seco por evaporação a 100°C apresentam variações que podem levar à obtenção de diferentes resultados. Na Alemanha, o método de evaporação de 25 ou 50 ml de vinho em banho-maria a 100°C até obtenção de xarope (cerca de 40 minutos) e secagem em estufa a 100°C durante duas horas e meia (Jaulmes 1951 & Vogt 1971) foi substituído pelo método densimétrico (Ribéreau-Gayon et al. 1980). A AOAC (1980) recomenda que 50 ml de amostra sejam evaporados em banho-maria a 100°C até a formação de xarope e deixados em estufa a 100°C durante duas a cinco horas. Na França, o método de determinação por evaporação de 20 ml de vinho em banho-maria a 100°C por seis horas foi substituído pela evaporação a vácuo a 70°C que se constitui o método oficial francês de referência (Ribéreau-Gayon et al. 1982). No Brasil, por sua vez, 25 ml de vinho são evaporados em banho-maria a 100°C durante três horas e secados em estufa a 100°C até peso constante (Brasil 1974). As empresas vinícolas, no entanto, afirmam que esta metodologia leva a relações álcool em peso/extrato seco reduzido cujos valores não se enquadram nos limites legais, quais sejam: 4,7 - 4,8 - 6,0 e 6,5 para os vinhos tinto comum, tinto fino, rosado e branco, respectivamente. De fato, o tempo de permanência em banho-maria ultrapassa em muito a formação de xarope, resultando uma crosta úmida. Isto, associado ao tratamento em estufa até peso constante, pode levar a uma redução no extrato seco por evaporação do glicerol, do 2-3 butanodiol e do ácido lático que, apesar de não serem voláteis, a 100°C apresentam uma apreciável tensão de vapor.

Este trabalho tem como objetivo uma revisão crítica da metodologia brasileira, considerando suas falhas salientadas anteriormente. Para tal, efetuou-se um estudo comparativo do método brasileiro (Brasil 1974) com o método alemão (Jaulmes 1951 & Vogt 1971), por apresentarem similaridade, e com a evaporação em banho-maria a 100°C por três horas, pois este procedimento constitui o que vem sendo adotado na prática.

## MATERIAL E MÉTODOS

- 1) **Determinação do tempo de secagem de vinho em estufa a 100°C necessário para atingir peso constante, após três horas em banho-maria a 100°C.**

Uma amostra de vinhos secos comuns foi coletada por fiscais da Secretaria da Agricultura do Estado do Rio Grande do Sul, constituindo-se de 4 garrafas (de 720 ml) de vinhos brancos, 5 de rosados e 15 de tintos, de diferentes pipas de cantinas dos municípios de Bento Gonçalves, Flores da Cunha, Garibaldi e Caxias do Sul.

O tempo de secagem de vinho em estufa a 100°C necessário para atingir peso constante, após três horas em banho-maria a 100°C, foi determinado em intervalos de meia hora até quatro horas e meia após a colocação em estufa.

Para exprimir a relação entre peso do vinho e tempo de exposição, ajustou-se, para cada tipo de vinho, uma curva exponencial expressa por:

$$Y = K + Le^{-Mt},$$

onde K é o "mínimo" (inatingível) a que tende o peso do vinho (Y) quando o tempo de exposição (t) cresce indefinidamente, K + L é a ordenada da intersecção da curva com o eixo Y e M é a velocidade inicial de decréscimo do peso. Essas curvas não têm mínimo, mas revelam nitidamente os tempos de exposição a partir dos quais o decréscimo passa a ser praticamente nulo. Como um critério objetivo para o estabelecimento do ponto de atingimento do peso constante, utilizou-se o ponto de mínimo de uma curva quadrática ajustada aos mesmos dados.

- 2) **Determinação da variação da relação álcool em peso/extrato seco reduzido em função do tempo de secagem.**

Além do extrato seco, foram realizadas análises de álcool, por ebuliometria (Amerine & Ough 1976), e açúcares redutores, por Fehling (Jaulmes 1951), para a determinação da relação álcool em peso/extrato seco reduzido, de acordo com a seguinte fórmula:

$$\frac{\text{Álcool em peso}}{\text{Extrato seco reduzido}} = \frac{\text{Grau Alcoólico} \times 8}{\text{Extrato seco} - (\text{açúcares redutores} - 1)}$$

onde o extrato seco é igual ao peso da amostra multiplicado por 40.

A variação da relação álcool em peso/extrato seco reduzido (Y) com o tempo de secagem em estufa (T), para cada tipo de vinho, foi expressa através do ajustamento da curva exponencial:

$$Y = A [1 - e^{-B(T + C)}],$$

onde A representa o nível da relação álcool em peso/extrato seco reduzido a que a curva tende assintoticamente (sem atingi-lo) quando o tempo cresce indefinidamente e B, a velocidade de crescimento inicial da relação.

Os resultados foram avaliados em função dos limites máximos estabelecidos por lei, quais sejam: 4,7 - 6,0 e 6,5 para vinhos tintos comuns, rosados e brancos, respectivamente.

**3) Determinação das percentagens de vinhos com relações álcool em peso/extrato seco reduzido dentro dos limites legais.**

Além da amostra citada no item 1, foram coletadas mais 12 garrafas de vinhos brancos e 11 de rosados, de forma idêntica à citada anteriormente.

As percentagens de vinhos de cada tipo, cujas relações álcool em peso/extrato seco reduzido se situaram dentro dos limites legais, em cada tempo de secagem, foram representadas em diagramas de barra.

**4) Comparação dos métodos brasileiro, alemão e evaporação em banho-maria a 100°C por três horas.**

A comparação dos métodos foi efetuada com uma amostra de duas garrafas de vinho seco fino, sendo uma de branco e a outra de tinto, provenientes da cantina experimental da EMBRAPA-UEPAE de Bento Gonçalves.

O delineamento estatístico aplicado foi o de experimento inteiramente casualizado, com 6 repetições, tendo sido usados o teste F para a análise de variância e o teste de Duncan para a comparação das médias.

Os resultados foram avaliados em função dos limites máximos estabelecidos por lei, quais sejam: 4,8 e 6,5 para vinhos tintos finos e brancos, respectivamente, tendo sido apresentados em diagramas de barra.

## RESULTADOS

**1) Determinação do tempo de secagem de vinho em estufa a 100°C necessário para atingir peso constante, após três horas em banho-maria a 100°C.**

As perdas de peso dos vinhos brancos, rosados e tintos observadas após três horas em banho-maria a 100°C e a cada meia hora do período de secagem em estufa a 100°C, juntamente com as curvas exponenciais ajustadas estão representadas na Figura 1. As estimativas dos parâmetros das equações ajustadas estão na Tabela 1.

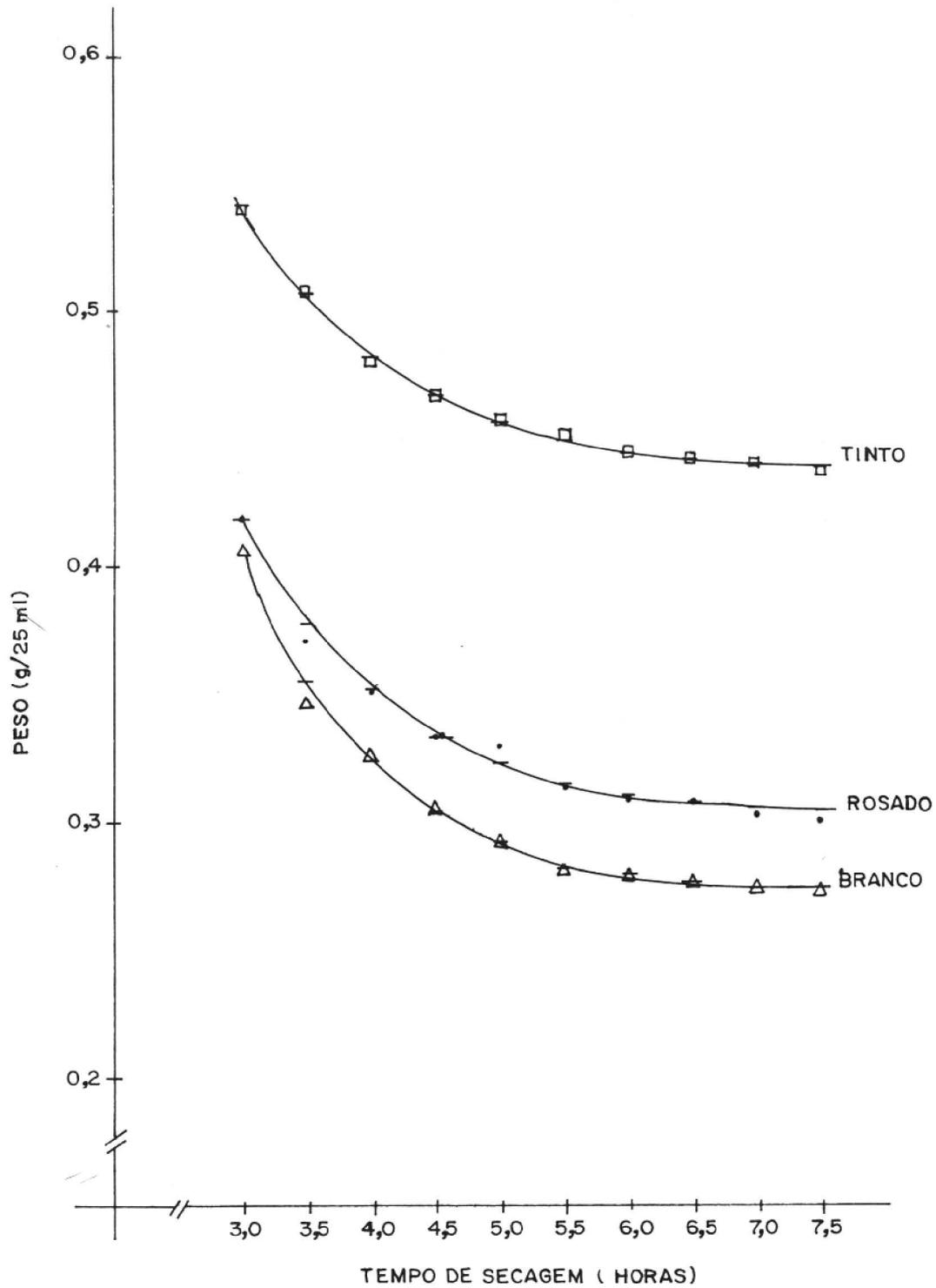


FIG. 1. Representação das médias dos pesos dos vinhos tintos (  $\square$  ), rosados (  $\cdot$  ) e brancos (  $\triangle$  ) observadas em instantes sucessivos de meia hora do período de secagem em estufa a 100°C e correspondentes curvas exponenciais ajustadas.

**TABELA 1.** Estimativas dos parâmetros K, L e M das curvas exponenciais ajustadas para representar a variação do peso com o tempo de secagem para os vinhos brancos, rosados e tintos.

Tipo de vinho	Estimativas dos parâmetros		
	K	L	M
Branco	0,27167	2,30754	0,95454
Rosado	0,30111	1,50553	0,85186
Tinto	0,43533	1,26030	0,82578

Os pontos de mínimo das curvas quadráticas ajustadas corresponderam aos tempos de secagem 6,4635; 6,7005 e 6,6619, respectivamente, para os vinhos brancos, rosados e tintos. Assim, para os vinhos brancos, em média, o peso constante foi atingido próximo da pesagem efetuada 3 h 30 min. após as três horas em banho-maria e, para os vinhos rosados e tintos após 4 h, em média.

**2) Determinação da variação da relação álcool em peso/extrato seco reduzido em função do tempo de secagem.**

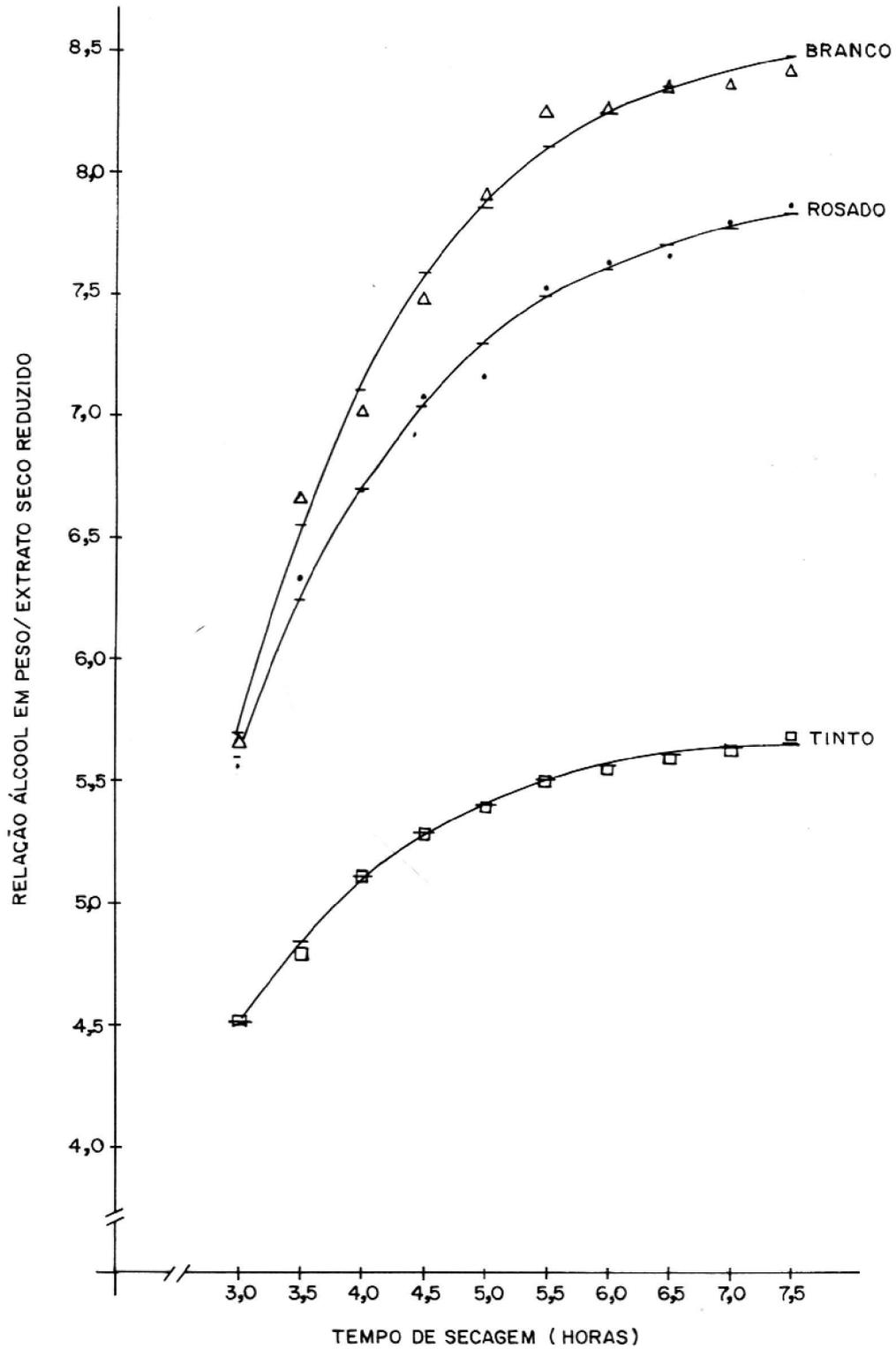
As médias da relação álcool em peso/extrato seco reduzido para cada tempo de secagem, para cada tipo de vinho, e os correspondentes valores ajustados pelas curvas exponenciais estão representados na Figura 2. Observa-se que nenhum dos vinhos analisados se enquadrou nos limites legais, quando a secagem em estufas se prolongou até o estabelecimento do peso constante. As estimativas dos parâmetros das curvas exponenciais ajustadas estão na Tabela 2.

**TABELA 2.** Estimativas dos parâmetros A, B e C das curvas exponenciais ajustadas para a variação da relação álcool em peso/extrato seco reduzido em função do tempo de secagem para os vinhos brancos, rosados e tintos.

Tipo do vinho	Estimativas dos parâmetros		
	A	B	C
Branco	8,58929	0,71134	- 1,48211
Rosado	7,98996	0,61212	- 1,01738
Tinto	5,72426	0,68747	- 0,74629

**3) Determinação das percentagens de vinhos com relações álcool em peso/extrato seco reduzido dentro dos limites legais.**

As percentagens de vinhos com a relação álcool em peso/extrato seco



**FIG. 2.** Representação das relações álcool em peso/extrato seco reduzido dos vinhos tintos (  $\square$  ), rosados (  $\cdot \cdot \cdot$  ) e brancos (  $\triangle$  ) observadas em instantes sucessivos de meia hora do período de secagem em estufa a 100°C e correspondentes curvas.

reduzido dentro dos limites legais em função do tempo de secagem estão apresentadas na Figura 3. Verifica-se que, para o vinho tinto, após o tratamento em banho-maria, 73% dos vinhos se mantêm dentro do limite legal. Acrescentando um tratamento de meia hora em estufa a 100°C esta percentagem cai para 33% e, de uma hora nenhum dos vinhos se enquadra na legislação. Com tratamento apenas em banho-maria, 94% dos vinhos rosados apresentam a relação abaixo do limite máximo estabelecido. Após meia hora em estufa a 100°C a percentagem cai para 47%; uma hora em estufa, 13% e uma hora e meia, 0%. Para o vinho branco, 100% dos vinhos mantêm a relação abaixo do limite legal após o tratamento em banho-maria, 50% após meia hora de secagem em estufa a 100°C, 12,5% após uma hora e meia e, nenhum dos vinhos satisfaz à exigência legal após duas horas.

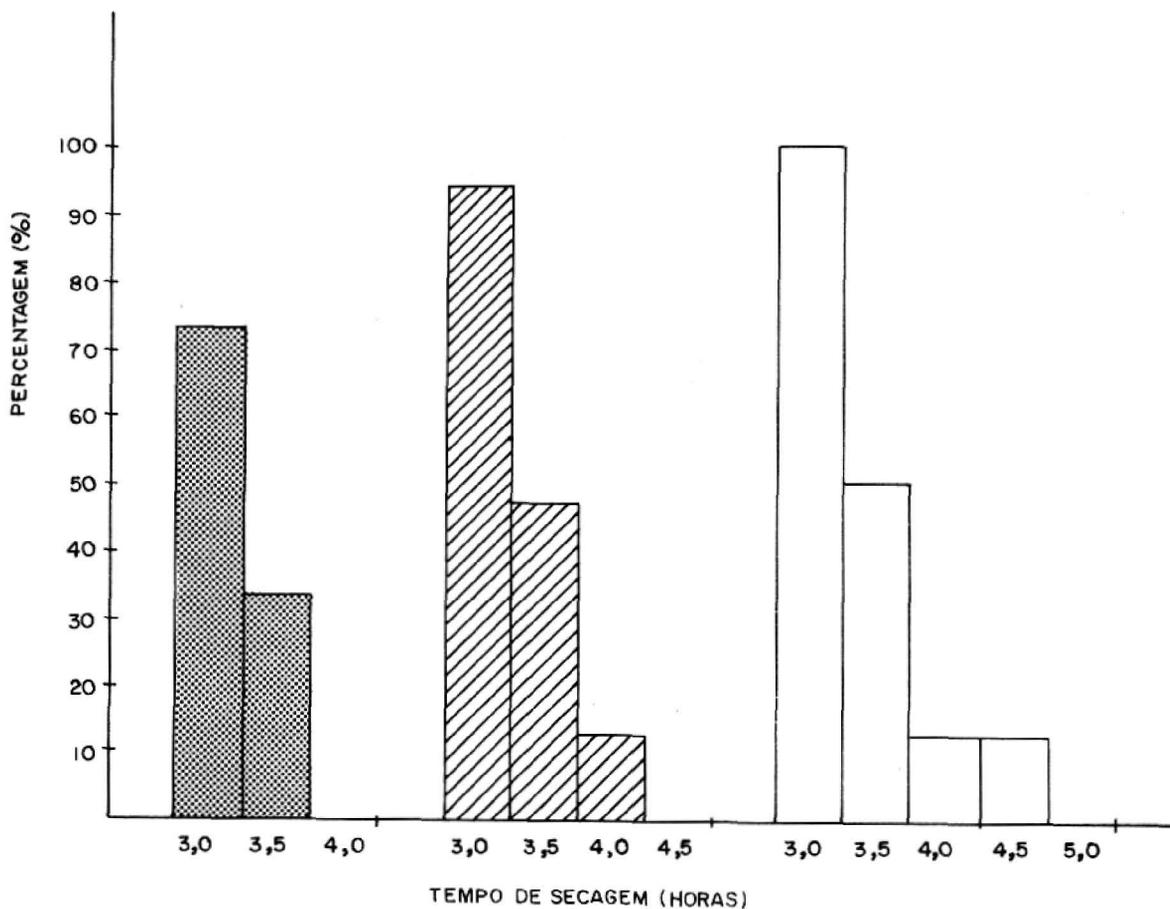


FIG. 3. Percentagens de vinhos comuns tinto ( ■ ), rosado ( ▨ ) e branco ( □ ) com a relação álcool em peso/extrato seco reduzido dentro dos limites legais observadas em instantes sucessivos de meia hora do período de secagem em estufa a 100°C, após 3 horas em banho-maria a 100°C.

**4) Comparação dos métodos brasileiro, alemão e evaporação em banho-maria a 100°C por três horas.**

As relações álcool em peso/extrato seco reduzido obtidas pela determinação do extrato seco pelos métodos brasileiro, alemão e evaporação em banho-maria a 100°C por três horas, estão representadas na Figura 4. Observa-se que, pelo método brasileiro, tanto o vinho branco como o tinto não se enquadram nos limites legais, enquanto que pelos demais métodos ambos os vinhos apresentam as relações abaixo dos limites máximos legais.

As análises de variância mostraram diferenças significativas, a nível de 1% de probabilidade, entre os resultados obtidos com as metodologias testadas, tanto para o vinho branco como para o tinto, tendo o teste de Duncan revelado que o método brasileiro leva às relações mais elevadas e o método da evaporação em banho-maria a 100°C por três horas às mais baixas.

## **DISCUSSÃO**

Para a amostra analisada, o tempo de secagem necessário para atingir peso constante ultrapassou o tempo recomendado pelo método alemão, o que mais se assemelha ao método brasileiro, em aproximadamente três horas e meia para o vinho branco e quatro horas para os vinhos rosado e tinto. O método da AOAC é também similar ao brasileiro, porém recomenda uma faixa de secagem em estufa muito ampla (de 2 a 5 horas), o que dificulta um estudo comparativo.

É importante salientar que todos os vinhos submetidos à secagem até peso constante tiveram suas relações álcool em peso/extrato seco reduzido acima dos limites legais (Figuras 2 e 4), enquanto que os analisados pelo método alemão ficaram abaixo de tais limites (Figura 4). Isto pode ser atribuído à evaporação lenta dos componentes não voláteis, principalmente o ácido láctico, o glicerol e o 2-3 butanodiol, com conseqüentes perdas de peso do extrato, o que ocorre quando se prolonga o tempo de permanência em banho-maria (Ribéreau-Gayon et al. 1980).

No “Recueil des Méthodes Internationales d’Analyses des Vins” (Office International de la Vigne et du Vin, 1972) constam, como método de referência, a determinação do extrato seco por evaporação a 70°C sob pressão reduzida e, como método usual, o densimétrico. O método de evaporação a 100°C foi proscrito. Segundo a compilação, os métodos de referência, mais rigorosos e de maior precisão, devem ser utilizados em trabalhos científicos ou em caso de contestação nas transações internacionais; os métodos usuais, onde as técnicas são mais simples e os resultados, em geral, um pouco menos precisos, podem ser utilizados principalmente nas transações comerciais dentro de um mesmo país.

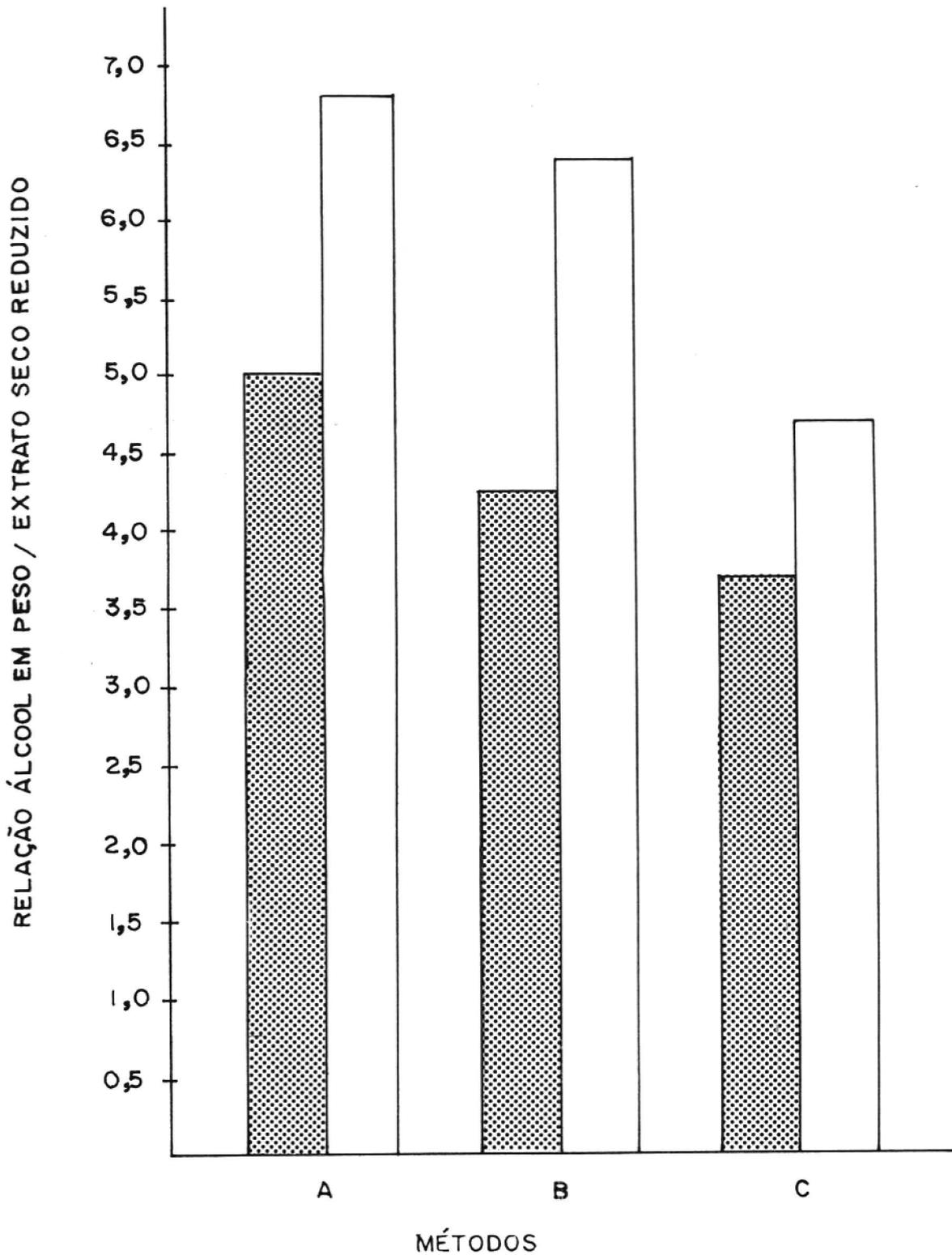


FIG. 4. Relação álcool em peso/extrato seco reduzido de vinhos finos tinto ( ■ ) e branco ( □ ) com base na determinação do extrato seco pelos métodos brasileiro (A), alemão (B) e por evaporação em banho-maria a 100°C por 3 horas (C).

Na França, a técnica de evaporação a 70°C sob pressão reduzida constitui o método oficial de referência (Ribéreau-Gayon et al. 1982). O método alemão testado neste trabalho, e que foi durante algum tempo o método oficial na Alemanha, foi substituído pelo processo densimétrico (Ribéreau-Gayon et al. 1982).

Faz-se necessário observar, ainda, que os processos de tratamento para estabilização química e microbiológica do vinho, atualmente empregados e de grande valia para a manutenção da qualidade do produto, resultam em consideráveis perdas de determinados componentes do extrato seco, tais como proteínas, pectinas, matérias corantes e sais minerais. Isto explica a crescente dificuldade encontrada pela indústria vinícola em enquadrar a relação álcool em peso/extrato seco reduzido nos padrões estabelecidos pela legislação brasileira, a despeito da grande melhoria da qualidade do vinho nacional alcançada nos últimos anos.

## CONCLUSÃO

Conclui-se que, na temperatura de 100° C, o peso constante é obtido com perdas nos componentes não voláteis do vinho e, portanto, o valor do extrato seco obtido é inferior ao real e a relação álcool em peso/extrato seco reduzido ultrapassa os limites estabelecidos pela legislação brasileira. Esta metodologia analítica é falha, sendo recomendável sua substituição de acordo com a compilação de métodos internacionais de análises de vinhos, que preconiza a utilização do método de evaporação a 70° C a vácuo em casos em que houver exigência de um maior rigor, tais como trabalhos científicos e contestação nas transações internacionais, e do método densimétrico nas determinações correntes para a caracterização analítica dos vinhos destinados às transações comerciais internas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMERINE, M.A. & OUGH, C.S. Acidez y ácidos individuales, ácido láctico. *In: \_\_\_\_\_*. *Análisis de vinos y mostos*. Zaragoza, Acribia, 1976. p.42-6.
- AMERINE, M.A. & OUGH, C.S. Acidez y ácidos individuales; alcoholes. *In: \_\_\_\_\_*. *Análisis de vinos y mostos*. Zaragoza, Acribia, 1976. p.46-78.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Beverages: wines. *In: \_\_\_\_\_*. *Official methods of analysis*. 13.ed. Washington DC, 1980. Cap.11, p.185-93.
- BRASIL. leis, decretos, etc. Decreto nº 46.237, de 18 jun. 1959. *Diário Oficial*, Brasília, 19 set. 1974. p.65-6. Métodos Oficiais de análises dos fermentados alcoólicos - extrato seco a 100° C e extrato seco reduzido.
- GAROGGIO, P.G. *La nuova enologia*. Firenze, Stianti-Sancasciano, 1959. p.456.
- JAULMES, P. *Analyse des vins*. 2.ed. Montpellier, Librairie Poulain, 1951. Cap.VI, p.94-103.
- LEE, F.A. *Basic food chemistry*. Connecticut, The Avi Publishing Company, 1980. Cap.11, p.211-29.
- OFFICE INTERNATIONAL DE LA VIGNE ET DU VIN. Extrait sec total; matières sèches totales. *In: \_\_\_\_\_*. *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins*. Paris, 1972. Anexo A, Folha 3, ed. c, p.1-7.
- RIBÉREAU-GAYON, J.; PEYNAUD, E.; SUDRAUD, P. & RIBÉREAU-GAYON, P. Extracto seco. *In: \_\_\_\_\_*. *Ciencias y técnicas del vino*. Buenos Aires, Editorial Hemisferio Sur, 1980. V.1, cap.1, p.28-39.
- RIBÉREAU-GAYON, J.; PEYNAUD, E.; SUDRAUD, P. & RIBÉREAU-GAYON, P. Extrait sec. *In: \_\_\_\_\_*. *Sciences et techniques du vin*. 2.ed. Paris, Dunod, 1982. V.1, cap.1, p.32-8.
- VOGT, E. Determinación del extracto. *In: \_\_\_\_\_*. *Fabricación de vinos*. Zaragoza, Acribia, 1971. p.266-8.