

1 Nassur, R. C. M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
2 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
3 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
4 Anais... Aracaju-SE.

1

2 Influência do tempo de maceração no perfil de compostos fenólicos em
3 vinhos tintos tropicais var. Tempranillo. Rita de Cássia Mirela Resende
4 Nassur¹; Juliane Barreto de Oliveira¹; Antônio Mendes de Souza Nascimento¹,
5 Joyce Fagundes de Souza¹; Luiz Cláudio Correa¹; Giuliano Elias Pereira²

6¹ Embrapa Semiárido – Bolsista DTI-A Endereço: BR 428, km 152, CP 23, CEP 56302-970, Petrolina,
7PE, Brazil. E-mail: ritanassur@hotmail.com; ² Embrapa Uva e Vinho/Semiárido, BR 428, km 152, CP
823, CEP 56302-970, Petrolina, PE, Brazil. E-mail giuliano.pereira@embrapa.br

9 RESUMO

10 Dentre as famílias de compostos orgânicos que contribuem para a composição
11 química e a qualidade do vinho tinto, os compostos fenólicos ocupam lugar de destaque.
12 Os mesmos provêm das partes sólidas da uva, cuja maceração, que consiste no contato
13 das partes sólido e líquido, pode influenciar. O objetivo do trabalho foi avaliar a
14 influência de diferentes tempos de maceração (10, 20 e 30 dias) no perfil de compostos
15 fenólicos em vinhos. Para todos os tempos de maceração foram identificados vinte e
16 quatro compostos, quais sejam: catequina, epicatequina galato, epicatequina,
17 epigallocatequina, gálico, procianidina A2, procianidina B1, ácidos fenólicos como
18 siríngico, benzoico, cafeico, cinâmico, clorogênico, cumárico, o estilbeno trans-
19 resveratrol e flavonóis como miricetina, isoranmetina, kaempferol, quercetina, rutina,
20 calistefina, kuromanina, miritilina, oenina e reonidina. Para os flavonóis, observou-se
21 um aumento estatisticamente significativo em seus teores com o aumento do tempo de
22 maceração. A diferença entre tempos de maceração de 10 para 20 dias não foi suficiente
23 para que teores de ácido cafeico, trans-resveratrol, e os flavonóis kuromanina, rutina,
24 kaempferol e isoranmetina fossem significativamente alterados. Oenina ou malvidina é
25 composto fenólico-antocianina que mais caracteriza vinhos, apresentando maior
26 concentração no tempo de maceração 30 dias. Os ácidos fenólicos clorogênico e
27 cumárico correlacionam-se positivamente com vinhos cujo processo de maceração
28 ocorreu em 20 dias. Vinhos advindos de tratamentos de maceração de 10 e 20 dias são
29 mais semelhantes entre si quando comparados com vinhos onde utilizou-se maior tempo
30 de maceração. Os vinhos obtidos do tratamento 30 dias podem ser caracterizados como
31 mais concentrados, pois apresentaram maiores teores de procianidina B1, ácido gálico e
32 malvidinam mas não podem ser considerados de melhor qualidade, quando comparados
33 aos demais.

34 **PALAVRAS-CHAVE:** *vinhos tropicais, quantificação de compostos fenólicos, HPLC*

5 Anais 1º Congresso Brasileiro de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores
6 e hortaliças (CD ROM), Maio de 2015.

7Nassur, R. C M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
8 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
9 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
10 Anais... Aracaju-SE.
35

36Maceration time influencing phenolic compounds profile in 37Tempranillo Tropical Wines

38ABSTRACT

39Among the compounds that can contribute to the chemical composition and the final
40quality of red wines, the phenolic compounds are the most important. They came from
41the solid part of the grapes and the maceration, that consist in the contact between solid
42and liquid parts, can influence the levels of phenolics. The aim of this work was to
43evaluate the influence of different maceration times (0, 10 and 30 days) on the phenolics
44profile in wines. For all maceration times twenty four compounds were identified
45(cathechin, epicatechin galate, epicatechin, epigallocatechin, galic, procianidin A2,
46procianidin B1, phenolic acids like syringic, benzoic, caffeic, cinnamic, chlorogenic,
47cumaric, trans-resveratrol and some flavonoids like mirycetin, isorhamnetin, kaempferol,
48quercetin, rutin, calistegin, kuromanin, miricitin, oenin and reonidin. For flavonoids, an
49increase was observed with the increase on the maceration time. The difference of
50maceration time from 10 to 20 days was not sufficient to change levels of caffeic acid,
51trans-resveratrol, kuromanin, rutin, kaempferol and isorhamnetin. Oenin or malvidin is
52the phenolics that can better characterize wines, presenting higher concentration when
5330 days of maceration was used. Chlorogenic and cumaric acid are positively related
54with wines in which maceration process was done in 20 days. Wines with 10 and 20 days
55of maceration are more related with each other, when compared with wines that the
56longer maceration time was used. Wines with 30 days of maceration can be
57characterized by their higher concentration, because presented higher levels of
58procianidin B1, galic acid and malvidin, but can not be considered with higher quality,
59when compared to others.

60**Keywords:** *tropical wines, phenolic compounds quantification, HPLC*

61

62INTRODUÇÃO

63 A maceração, que consiste no contato das partes sólido e líquido durante a
64fermentação e antes da prensagem, é uma fase de grande importância para a qualidade
65final do vinho. Ocorre concomitantemente à fermentação alcoólica, em um meio
66complexo e sujeito a grandes variações das condições físicas e químicas. Nessa fase,

13 Nassur, R. C. M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
14 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
15 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
16 Anais... Aracaju-SE.

67 deve-se adotar procedimentos para a obtenção de uma extração seletiva, dos diferentes
68 compostos da uva, de modo a extrair o máximo daqueles que aportam qualidade ao
69 vinho e o mínimo possível daqueles que concorrem para a limitação da qualidade do
70 mesmo (Guerra, 2003).

71 Dentre as famílias de compostos orgânicos que contribuem para a composição
72 química e a qualidade do vinho tinto, os polifenóis ocupam lugar de destaque. Os
73 mesmos provêm das partes sólidas da uva.

74 O objetivo desse trabalho foi identificar e quantificar por cromatografia líquida
75 de alta eficiência os compostos fenólicos presentes em vinhos submetidos a diferentes
76 tempos de maceração, assim como avaliar a influência dos tratamentos no perfil desses
77 compostos.

78

79 MATERIAL E MÉTODOS

80 Uvas da cultivar Tempranillo foram colhidas na região de Petrolina-PE e
81 encaminhadas para o laboratório de Enologia da Empresa Brasileira de Pesquisa
82 Agropecuária – Embrapa Semiárido, onde foram mantidas em câmara fria a $10 \pm 2^\circ\text{C}$ por
83 24 horas para que o calor de campo fosse removido e para evitar quaisquer tipos de
84 degradação e oxidação. As bagas foram retiradas, submetidas a maceração por
85 diferentes tempos e mantidas em recipientes de vidro de 20L de capacidade. O mosto
86 foi sulfitado ($5\text{g} \cdot 100\text{L}^{-1} \text{SO}_2$), inoculado com *Saccharomyces cerevisiae* ($30 \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) e
87 mantido a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ para a realização da fermentação alcoólica. A maceração ocorreu em
88 três diferentes tempos (10, 20 e 30 dias), obedecendo os tratamentos. Foram utilizados
89 três recipientes para cada tratamento, perfazendo as repetições. O sólido foi então
90 removido e o vinho permaneceu por mais três dias até que ocorresse a completa
91 fermentação alcoólica, confirmado pela análise de densidade menor que 0.993. A
92 fermentação malolática iniciou-se em um recipiente a $18 \pm 1^\circ\text{C}$ por 25 dias. Os vinhos
93 foram sulfitados, e o SO_2 livre foi ajustado para $40 \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$, quando os vinhos
94 permaneceram por mais 20 dias em câmara fria a $0^\circ \pm 0.5^\circ\text{C}$, para clarificação e
95 estabilização. Os vinhos foram colocados em garrafas de cor verde oliva, com volumes
96 de 750 mL e armazenadas horizontalmente a $18 \pm 1^\circ\text{C}$ com 60% e umidade relativa,
97 durante 30 dias, quando iniciaram-se as análises.

19Nassur, R. C. M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
20 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
21 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
22 Anais... Aracaju-SE.
98 Vinhos foram avaliados por cromatografia líquida de alta eficiência (HLPC),
99conforme descrito por Correa et al. (2012) e utilizando-se cromatógrafo WATERS
100modelo Alliance e2695, equipado com bomba de solvente quaternário e injetor
101automático, acoplado a Detector de Arranjos de Diodos (DAD Waters modelo 2998) e
102Detector de Fluorescência (DF Waters modelo 2475). 25 padrões, incluindo
103antocianinas, flavonóides, ácidos fenólicos, flavan-3-óis e o estilbeno trans-resveratrol.
104A separação dos compostos foi realizada em cromatógrafo líquido Waters modelo
105Alliance e2695, acoplado a detector de arranjos de diodo (220, 320, 360 e 520 nm) e
106fluorescência (280 nm excitação e 360 nm emissão). A coluna utilizada foi a Gemini-
107NX C18, 150 x 4,60 mm, com partículas internas de 3µm, e pré-coluna Gemini-NX
108C18, 4,0 x 3,0 mm, ambas da Phenomenex®. As condições de análise foram:
109temperatura do forno a 40°C, volume de injeção do vinho 10µL (previamente filtrado
110em membrana de 0,45µm (Allcrom – Phenomenex-USA) e fluxo de 0,6 ml.min⁻¹ A
111fase móvel foi constituída por fosfato de potássio diácido a 0,025 M, ajustado para pH=
1122,05 com ácido orto-fosfórico (Fase A), metanol (fase B) e acetonitrila (fase C);
113seguindo o gradiente: 0 min = 100% A; 18 min = 87,5% A, 2,5% B e 10% C; 30 min =
11483,5% A, 3,2 % B e 13,3 % C; 36 min = 75% A, 5% B e 20% C; 48,5 min = 65% A,
1158,3% B e 26,7% C; 50 min = 65%A, 8,3% B e 26,7% C; 65 min = 100%A; 70 min =
116100% A. A linearidade para cada composto foi confirmada através do R² das curvas,
117que variou de 0,997 a 0,999, com os limites de detecção e quantificação variando de
1180,02 a 0,30 mg.L⁻¹ e 0,05 a 1,00 mg.L⁻¹.

119 A aquisição dos dados e processamento foi realizado através do software
120Empower® 2 (Milford, USA). Assim para a identificação dos compostos fenólicos, picos
121com seus respectivos tempos de retenção foram comparados com cromatogramas de
122padões em cada comprimento de onda utilizado, sendo sua quantificação realizada pela
123integração da área dos picos, com auxílio do programa citado, com teores dados em
124ppm. Concentrações dos compostos fenólicos foram então submetidos a análise de
125variância e comparadas pelo teste de médias Tukey, a 5% de probabilidade, utilizando-
126se o programa SISVAR (Ferreira, 2000). A análise multivariada foi realizada gerando
127dendograma, com distâncias euclidianas, e análise de componentes principais,
128utilizando-se o programa Chemoface 1.4 (Nunes, 2012).

129

25Nassur, R. C. M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
26 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
27 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
28 Anais... Aracaju-SE.

130RESULTADOS E DISCUSSÃO

131 Para todos os tempos de maceração foram identificados vinte e quatro
132compostos, quais sejam: catequina, epicatequina galato, epicatequina, epigalocatequina,
133gálico, procianidina A2, procianidina B1, ácidos fenólicos como siringico, benzoico,
134cafeico, cinâmico, clorogênico, cumárico, o estilbeno trans-resveratrol e flavonóis como
135miricetina, isoranmetina, kaempferol, quercetina, rutina, calistefina, kuromanina,
136miritilina, oenina e reonidina. Os compostos fenólicos observados nos vinhos e seus
137respectivos teores de acordo com o tratamento podem ser observados na Tabela 1.

138 Para os flavanois observados, como catequina epicatequina, epigalocatequina,
139procianidina B1 e epicatequina galato, observou-se um aumento estatisticamente
140significativo em seus teores com o aumento do tempo em que as uvas ficaram em
141processo de maceração. Alguns ácidos fenólicos mostraram a mesma tendência, porém
142para o ácido clorogênico e cumárico, o maior tempo de tratamento não resultou em
143maiores níveis desses compostos.

144 A diferença entre tempos de maceração de 10 para 20 dias não foi suficiente
145para que teores de ácido cafeico, trans-resveratrol, e os flavonóis kuromanina, rutina,
146kaempferol e isoranmetina fossem significativamente alterados, como pode ser
147observado na Tabela 1.

148 De acordo com Guerra (2003), períodos mais longos de maceração podem
149provocar problemas de excesso de extração de polifenóis, com consequente
150instabilidade da cor e desequilíbrio organoléptico do vinho. Aparentemente, uma
151maceração demasiadamente longa intensifica determinadas reações envolvendo as
152antocianinas, com a formação de complexos incolores ou coloridos, quimicamente
153instáveis. No vinho, observa-se uma cor excepcionalmente intensa ao final da
154fermentação malolática, mas que diminui drasticamente de intensidade ao longo da
155estabilização. Esta diminuição da cor vem acompanhada da diminuição do teor de
156antocianinas e flavanóis, da perda de corpo (emagrecimento) e da harmonia do vinho,
157além de realçar notas gustativas desagradáveis de amargor, adstringência, sensação de
158secura e de aspereza (Guerra, 2003).

159 A análise de componentes principais (Figura 1), que leva em consideração todos
160os compostos encontrados e correlaciona-os com os tempos utilizados como
161tratamentos, evidencia que em vinhos advindos de processo de maceração de 30 dias, a

31 Nassur, R. C. M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
32 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
33 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
34 Anais... Aracaju-SE.

162oenina-malvidina é o fenólico que mais caracteriza tais vinhos, pois seus teores para
163esse tratamento são aproximadamente três vezes maior do que para aqueles vinhos cujo
164tratamento de maceração durou 20 dias, e oito vezes superior aos teores observados em
165vinhos do tratamento de maceração de 10 dias.

166 Os ácidos fenólicos clorogênico e cumárico correlacionam-se positivamente com
167vinhos cujo processo de maceração ocorreu em 10 dias (Figura 1), assim como a grande
168maioria dos flavanois e flavonóis neste trabalho observados.

169 Pode-se concluir que o tempo de maceração adotado influenciou
170significativamente o perfil fenólico de vinhos tintos Tempranillo do Nordeste do Brasil.
171Não se pode dizer qual o melhor vinho, apenas que apresentaram tipicidades distintas.

172

173 **AGRADECIMENTOS**

174 À Facepe, CNPq e Embrapa Semi-Árido

175

176 **REFERÊNCIAS**

177 CORREA, L.C.; BIASOTO, A.C.T.; PEREIRA, G.E.; SILVA, P.T.S.E.; RYBKA,
178 A.C.P. Desenvolvimento e validação de metodologia para a determinação de compostos
179 fenólicos em vinhos brancos e tintos por cromatografia líquida de alta eficiência
180 (CLAE), XIV Congresso Latino-Americano de Cromatografia e Técnicas relacionadas
181 XIV, Florianópolis, Brasil, 2012, p. 320

182

183 FERREIRA, D. F. Análise estatística por meio do SISVAR (Sistema para Análise de
184 Variância) para Windows versão 4.0. In: REUNIÃO ANUAL DA REGIÃO
185 BRASILEIRA DA SOCIEDADE INTERNACIONAL DE BIOMETRIA, 45., 2000,
186 São Carlos. Anais... São Carlos: UFSCar, 2000. p. 255-258.

187

188 GUERRA, C.C. Influência de parâmetros enológicos da maceração na vinificação em
189 tinto sobre a evolução da cor e a qualidade do vinho. Anais do X Congresso Brasileiro
190 de Viticultura e Enologia, 2003. p 15-18

191

37Nassur, R. C. M. R., Oliveira, J. B., Pereira, G. E. 2015. Influência do tempo de maceração no
 38 perfil e teores de compostos fenólicos em vinhos Tempranillo. In: **Congresso Brasileiro**
 39 **de Processamento mínimo e Pós-colheita de frutas, flores e hortaliças**, 001.
 40 Anais... Aracaju-SE.

192NUNES, C. A.; FREITAS, M. P. ; PINHEIRO, A. C. M. ; BASTOS, S. C. Chemoface:
 193a novel free user-friendly interface for chemometrics. Journal of the Brazilian Chemical
 194Society, v. 23, p.2003-2010, 2012.

195

196**Tabela 1:** Compostos fenólicos observados em vinhos Tempranillo resultantes de
 197diferentes tempos de maceração (10, 20 e 30 dias).

198

	Teores (ppm ou mg.L ⁻¹)		
	10 dias	20 dias	30 dias
Benzoico	4.16 c	11.06 b	16.36 a
Catequina	14.76 c	22.30 b	26.83 a
Epicatequina	2.86 a	2.06 b	3.06 a
Epicatequina galo	3.80 c	6.00 b	8.16 a
Epigalocatequina	4.40 c	5.43 b	12.73 a
Gálico	11.80 c	22.30 b	30.13 a
Procianidina A2	1.33 c	1.80 a	1.66 b
Procianidina B1	12.73 c	21.70 b	26.66 a
Siríngico	2.56 c	9.00 b	26.66 a
Cafeico	4.80 b	4.60 b	6.53 a
Cinâmico	3.80 c	4.80 b	7.13 a
Clorogênico	8.53 a	8.23 a	7.60 b
Cumárico	4.80 c	6.90 a	5.86 b
Trans-Resveratrol	1.43 a	1.40 a	1.20 b
Isoranmetina	3.96 b	5.10 b	9.50 a
Miricetina	1.10 c	2.10 b	2.96 a
Kaempferol	2,76 b	2.73 b	4.10 a
Quercetina	0.53 c	1.20 b	1.50 a
Rutina	1.70 a	2.20 a	1.86 a
Calistefina	0.70 c	1.53 b	6.03 a
Kuromanina	0.20 b	0.33 b	0.90 a
Miritilina	0.40 c	0.93 b	3.86 a
Oenina	4.30 c	11.10 b	32.50 a
Reonidina	0.13 c	0.50 b	1.50 a

199Letras iguais na mesma linha: médias não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

200

201

