



Análise rotineira rápida e precisa do teor alcoólico na presença de concentrações de açúcar em bebidas espirituosas e outras bebidas alcoólicas.

Abstrato

A indústria de bebidas e destilados tem uma alta demanda por testes de qualidade rápidos e precisos do teor alcoólico, mesmo na presença de uma vasta variedade de outros componentes nos produtos produzidos. A sensibilidade dos métodos convencionais sofre com a complexidade dos procedimentos ou com a sensibilidade, especialmente quando os destilados, licores e outras bebidas possuem alto teor de açúcar. A espectroscopia NIR é conhecida como um método para determinação de etanol e metanol - mesmo em baixas concentrações, mas na presença de açúcares e outros componentes, a precisão da detecção diminui.

Um parâmetro importante, que é estritamente controlado em bebidas alcoólicas, é o teor de metanol, que naturalmente aparece em muitos produtos destilados. Assim como na detecção do teor de etanol, os açúcares trazem complexidade para a medição do teor de metanol usando métodos NIR.

O objetivo deste estudo foi validar modelos de calibração NIR para uma ampla variedade de destilados e licores desenvolvidos pela ZEUTEC, Alemanha, em cooperação com a Landwirtschaftskammer Tirol, Innsbruck, Áustria (U. Zeni) em 2020. Ulrich Jacob Zeni é o consultor em processamento de frutas e proteção de culturas na câmara de comércio de Tirol. O desafio deste trabalho foi alcançar a precisão desejada nas medições de etanol e metanol na presença de alta concentração de açúcar nas respectivas amostras.

Configuração experimental

Foram medidos cerca de 200 amostras, incluindo produtos disponíveis comercialmente e misturas experimentais, na Landwirtschaftskammer Tirol, utilizando o SpectraAlyzer SPIRITS da ZEUTEC. As amostras foram selecionadas para ter diferentes teores de açúcar e etanol (conjuntos de amostras 1-3) e aquelas que contêm metanol, etanol e açúcar (conjunto de amostras 4). As calibrações foram validadas usando os métodos de referência analíticos. O teor de etanol foi validado por meio de densitometria eletrônica do destilado. O teor de metanol foi determinado usando cromatografia gasosa. O teor de açúcar foi validado com um método enzimático.

Conclusões

O modelo quimiométrico para determinar a concentração de álcool em bebidas alcoólicas com elevados teores de açúcar, desenvolvido neste trabalho, demonstrou uma elevada precisão. O SpectraAlyzer SPIRITS oferece uma solução pronta a usar para todas as etapas da produção de bebidas alcoólicas e destiladas, não exigindo qualquer preparação ou pré-processamento das amostras para a medição. O método de determinação rápida de teor de etanol, metanol e açúcar apresentado demonstrou alta precisão na avaliação simultânea de todos os parâmetros mencionados. Além do âmbito deste póster, foram desenvolvidos e validados modelos de calibração precisos para a determinação do teor de açúcar.

Resultados e discussão

Pode ser validado que o SpectraAlyzer SPIRITS da ZEUTEC realiza determinações rápidas e precisas do teor de etanol e metanol com a presença de açúcar total de até 350 g/l com 8% - 96% de álcool por volume (ABV). As soluções do conjunto de amostras 4 continham metanol numa faixa de concentração de 550 ppm a 5350 ppm. A ZEUTEC realizou o teste de calibração e determinou um erro de calibração validado cruzado para o etanol de <0,09% vol. (RMSECV) na mistura de metanol, etanol e açúcar. O erro validado cruzado da calibração para o etanol sem a presença de metanol e açúcar na mistura foi encontrado como <0,05% vol. (RMSECV). Esses resultados estão resumidos na tabela 1. As curvas de previsão de regressão linear múltipla (MLR) para essas medições são representadas nas Figuras 1-4. Para a determinação do metanol na mistura, uma calibração com um erro validado cruzado de 70 ppm (RMSECV) para o metanol pode ser desenvolvida (Figura 4 e tabela 2).

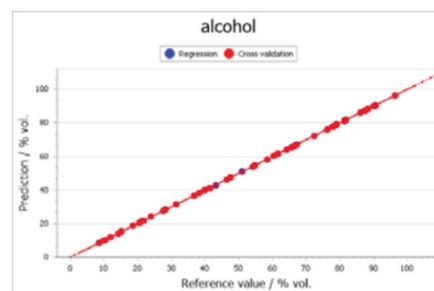


Fig 1. Curva de MLR(**) para medições do teor de etanol em amostras sem açúcar (conjunto de amostras 1 da Tabela 1).

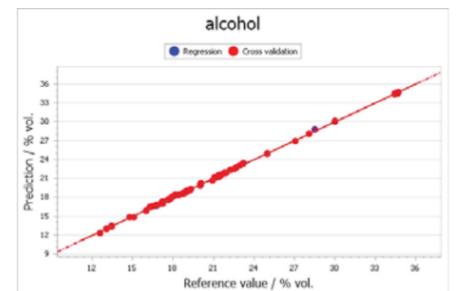


Fig 2. Curva MLR para medição do teor de etanol em amostras com alta quantidade de açúcar total (conjunto de amostras 3 da Tabela 1). O teor de açúcar é de 100 a 320 g/l.

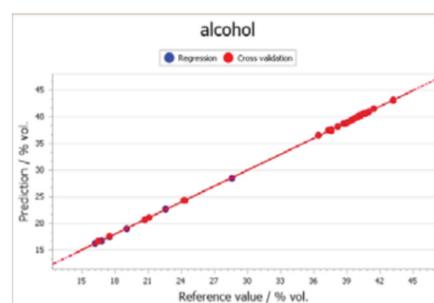


Fig 3. Curva de MLR para as medições da quantidade de etanol em amostras que consistem em etanol, açúcar e metanol (conjunto de amostras 4 da Tabela 1). O teor de açúcar varia de 0 a 352 g/l.

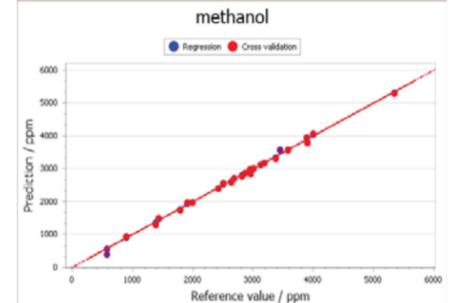


Fig 4. Curva MLR para as medições da quantidade de metanol em amostras compostas por metanol, açúcar e etanol (conjunto de amostras 4 da Tabela 2). O teor de açúcar varia entre 0 e 352 g/l.

Table 1. Erros de calibração, teor de etanol

		Etanol, % vol.	Metanol, ppm	Total sugar, g/l	RMSECV(*), % vol.
Conj.amostras 1	Fig. 1	8 - 96	0	0	<0.05
Conj.amostras 2		8 - 96	0	0 - 21	<0.17
Conj.amostras 3	Fig. 2	12 - 60	0	100 - 320	<0.1
Conj.amostras 4	Fig. 3	16 - 43	550 - 5350	0 - 352	<0.09

Table 2. Erros de calibração, teor de Metanol

		Ethanol, % vol.	Methanol, ppm	Total sugar, g/l	RMSECV(*), ppm
Conj.amostras 4	Fig. 4	16 - 43	550 - 5350	0 - 352	<70

(*) RMSECV - O erro quadrático médio de validação cruzada.

(**) MLR - regressão linear múltipla