



Influência da adição de chip de carvalho francês no perfil de compostos fenólicos do vinho base para espumante Viognier branco

Influence of the addition of french oak chip on the phenolic compounds profile of base wine for white Viognier sparkling wine

Ana Paula André Barros^{1,2}; Aíla de Souza Silva²; Islaine Santos Silva^{1,2}; Grace da Silva Nunes²; Luiz Cláudio Corrêa³; Aline Telles Biasoto Marques³; Janice Izabel Druzian¹.

¹Universidade Federal da Bahia / RENORBIO, Brazil.

²Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sertão Pernambucano, Brazil.

³Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), Brazil.

Contato: paulandrebarros@gmail.com

Resumo: A obtenção de um vinho espumante de qualidade está diretamente ligada aos processos tecnológicos adotados durante a elaboração do vinho base, que vão desde a colheita da uva até sua transformação em vinho. O uso de chip de carvalho representa uma alternativa econômica para atribuir características sensoriais de maior complexidade ao vinho, podendo substituir, em parte, o uso dos barris. O chip de carvalho francês (*Quercus petraea*) é o mais utilizado na enologia por ser mais rico em polifenóis. Diante disso, este estudo teve como objetivo avaliar a composição fenólica do vinho base para espumante elaborados a partir da uva Viognier com a adição de chips de carvalho francês com diferentes graus de tostagens, durante 14 dias da fermentação alcoólica a $\pm 16^\circ\text{C}$. Para elaboração dos vinhos base, foram realizadas microvinificações em garraões de vidro de 20 litros de capacidade, com três tratamentos: Controle (vinificação tradicional), VCF (2 g.L⁻¹ chips de carvalho francês sem tostagem “fresh”) e VCM (2 g.L⁻¹ chips de carvalho francês com média tostagem), com duas repetições para cada tratamento. Os compostos fenólicos ($n = 18$) foram quantificados por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC-DAD-FD). Os resultados foram analisados por ANOVA, teste de médias de Tukey ($p \leq 0,05$) e Análise de Componentes Principais (PCA). O vinho controle apresentou maior concentração de ácidos Fenólicos (32,93 mg L⁻¹) e estilbenos (0,47 mg L⁻¹). No entanto, a utilização de chip de carvalho francês, independentemente do grau de tostagem, aumentou a concentração da maioria dos flavanóis quantificados, o que possivelmente pode elevar a capacidade antioxidante do vinho base e consequentemente do espumante Viognier, devido ao alto potencial de sequestro de radicais livres desses compostos de acordo com a literatura. Assim, a utilização de chips de carvalho francês durante o processo de elaboração do vinho base, pode possibilitar uma melhoria na qualidade bioativa do vinho espumante.

Abstract: The obtaintion of a sparkling wine with quality is directly linked to the technological processes adopted during the elaboration of the base wine, ranging from the grape harvest to the winemaking transformation effects. The use of oak chips represents an economical alternative to assign more complex sensory characteristics to wine and may partially replace the use of barrels. The French oak chip (*Quercus petraea*) is the most used in oenology due to its higher concentration of polyphenols. Therefore, this study aimed to evaluate the phenolic composition of the base wine for sparkling Viognier wines with the addition of French oak chips of different degrees of toasting during 14 days of alcoholic fermentation at $\pm 16^\circ\text{C}$. For the preparation of the base wines, microvinification was performed in 20 liter glass carboys, with three treatments: Control (Traditional Vinification), VCF (2 g.L⁻¹ of French toast chips without toasting – ‘fresh’) and VCM (2 g.L⁻¹ of French oak chips with medium toasting), with two replicates for each treatment. Phenolic compounds ($n=18$) were quantified by High Performance Liquid Chromatography (HPLC-DAD-FD). Results were analyzed by ANOVA, Tukey’s test ($p \leq 0.05$) and Principal Component Analysis (PCA). The control wine presented the highest concentration of phenolic acids (32,93 mg L⁻¹) and stilbenes (0,47 mg L⁻¹). However, the use of French oak chips, regardless the toasting degree, increased the concentration of most of the quantified flavanols, which may possibly increase the antioxidant capacity of the base wine and consequently of the Viognier sparkling wine, due to the high potential of free radical scavenging of these compounds, according to literature. Thus, the use of French oak chips during the process of base wine elaboration can improve the bioactive quality of the sparkling wine.



1 Introdução

A composição de um vinho espumante está diretamente ligada aos processos tecnológicos adotados durante toda a elaboração do vinho base. De acordo com a portaria nº 299, de 17 de junho de 2010, o vinho base consiste em mosto ou vinho destinado à tomada de espuma, que pode ser constituído por: vinho base, mosto ou corte ou *assemblage* (mistura) de mostos ou de vinhos base ou de ambos [1]. Com isso, há uma série de procedimentos e escolhas que interferem na qualidade do vinho base final e, conseqüentemente, do vinho espumante que irá originar.

A qualidade do vinho base pode ser definida como uma relação entre suas características visuais, olfativas e gustativas. Este vinho tem grande importância, por ser o responsável pelas transferências das propriedades marcantes da bebida. No caso da elaboração de um espumante com qualidade superior, é indicado passar o vinho base por barricas de carvalho, para atribuir estrutura e aromas [2].

A sugestão da utilização de madeiras de carvalho (*Quercus* sp.) na enologia tem sido indicada com o intuito de enriquecer a composição do vinho branco. Assim sendo, os aromas terciários provenientes da maturação do vinho estão correlacionados ao seu contato com o carvalho, propiciando uma condição fundamental para obtenção de produtos com altíssima qualidade [3].

O carvalho é utilizado em diversas formas, como barricas, lascas, duelas, domino ou chips, podendo ser de origem americana ou francesa. Esta madeira é composta, principalmente, por três polímeros insolúveis, celulose, hemicelulose e lignina. Sua composição inclui também outros compostos de reduzida massa molecular, tais como, os ácidos orgânicos voláteis e não voláteis, açúcares e terpenos [4, 5].

O chip de carvalho é um insumo enológico, que representa uma alternativa econômica para atribuir aromas terciários, transferindo rapidamente estes compostos para o vinho, podendo substituir, em parte, o uso dos barris. Este insumo tem variadas características no que diz respeito à sua tostagem e composição, podendo ser deixados no estado natural ou ser aquecidos de modo ligeiro, médio ou forte. Porém, não devem ter sofrido tratamentos químicos, enzimáticos ou físicos, além do aquecimento. Também não lhes deve ser adicionado qualquer produto destinado a aumentar o seu poder aromatizante natural ou seus compostos fenólicos extraíveis [3, 4, 5]. Com isso, considerando a tendência do uso desses fragmentos na maturação dos vinhos, a sua utilização foi regulamentada em 2005 pela Organização Internacional da Vinha e do Vinho, através da Resolução Oeno 3/2005 [6].

Os chips de carvalho francês apresentam-se genericamente mais ricos em polifenóis do que os chips de carvalho americano, além de atribuir marcadores aromáticos como: notas de baunilha, coco, amêndoas, cravo trazendo maior complexidade ao vinho final [3] [7].

Diante disso, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência do uso de chips de carvalho francês no perfil dos compostos fenólicos de vinhos base para

espumante branco elaborados a partir da uva Viognier cultivada no Vale Submédio do São Francisco (VSSF).

2 Material e Métodos

2.1 Microvinificações

Para realização do experimento utilizou-se cerca de 300 Kg de uvas da variedade Viognier provenientes da Vitivinícola Santa Maria em Lagoa Grande-PE, Brasil. Os vinhos brancos foram elaborados em duplicata na Escola do Vinho do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sertão Pernambucano, Petrolina-PE. O desengace foi realizado de forma manual onde adicionou-se 60 mg L⁻¹ de dióxido de enxofre (SO₂) e 0,02 mL L⁻¹ de enzima pectolítica (Everzym Thermo®). Para realizar o processo de prensagem de todos os tratamentos, utilizou-se uma prensa manual vertical. Após prensados, foram transferidos para garrações de vidro de 20 litros de capacidade e transportados para a câmara fria para a realização da *debourbage*, conduzida a uma temperatura de 8±2°C por 24 horas.

Para a realização da fermentação alcoólica (FA) foi utilizada a levedura comercial *Saccharomyces cerevisiae* Maurivin PDM® (0,20 g L⁻¹), sendo a FA conduzida a uma temperatura de 16±2 °C. Nesta etapa foram adicionados os chips de carvalho conforme Tabela 1. A adição dos chips ocorreu no segundo dia da fermentação alcoólica e permaneceu até o final da mesma, totalizando 14 dias.

Tabela 1. Codificação e caracterização dos tratamentos aplicados para obtenção dos vinhos base para espumante da cultivar Viognier

	Caracterização
Controle	Sem adição de chips
VCF	Adição de 2 g.L ⁻¹ de chips de carvalho francês sem tostagem (<i>Fresh</i>) – Nobile®
VCM	Adição de 2 g.L ⁻¹ de chips de carvalho francês de média tostagem – Nobile®

Logo após, os chips foram retirados e os vinhos foram submetidos à estabilização proteica, com utilização da bentonite MAXIBENT PLUS® (0,80 g L⁻¹). Com auxílio do frio realizou-se a estabilização tartárica, concomitante à estabilização proteica, permanecendo na câmara fria por 10 dias a uma temperatura de -4°C. As microvinificações foram conduzidas em escala experimental, com duas repetições para cada tratamento.

2.2 Análises Cromatográficas

Foram quantificados 18 compostos fenólicos conforme segue: ácidos gálico (ÁC. GAL), cafeico (ÁC. CAFE), caftárico (ÁC. CAFT), clorogênico (ÁC. CLOR), p-cumárico (ÁC. pCUM) e ferrúlico (ÁC. FER) (ácidos fenólicos), isoquercetina (ISOQUER), caempferol-3-O-glucosídeo (CAEMPF) e isorhamnetina-3-O-glucosídeo



(ISORHAM) (flavonóis), *cis*-resveratrol (CRESV) e piceatanol (PICEAT) (estilbenos), (+)-catequina (CATEQ), (-)-epicatequina (EPICAT), (-)-galato epigalocatequina (EPIGAL GAL), (-)-galato epicatequina (EPICAT GAL), procianidinas A2 (PROC A2), B1 (PROC B1) e B2 (PROC B2) (flavonóis) por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE), utilizando cromatógrafo Waters modelo Alliance e2695 acoplado simultaneamente aos detectores de Arranjo de Diodos - DAD (280, 320, 360 nm) e Fluorescência (280 nm excitação e 320 nm emissão), coluna Gemini-NX C18 (150mm x 4,60mm x 3µm) e a pré-coluna Gemini-NX C18 (4,0mm x 3,0mm), ambas da marca Phenomenex® [8] Empregou eluição em gradiente, a fase móvel constituída de uma solução a 0,85% de ácido orto-fosfórico (fase A) e acetonitrila grau HPLC (fase B), totalizando 60 minutos de corrida. A temperatura do forno foi mantida a 40°C e o fluxo a 0,5 mL.min⁻¹. Cada amostra de vinho foi injetada sem diluição no equipamento, após filtração em membrana de nylon de diâmetro de 13 mm e tamanho do poro de 0,45µm, utilizando como volume de injeção 20 µL/amostra. As análises foram realizadas em triplicatas.

2.3 Análise estatística

Para a análise dos resultados, os compostos fenólicos foram agrupados em classes: Ácidos fenólicos, Flavanóis, Estilbenos e Flavonóis, sendo as somatórias submetidas à ANOVA, teste de Tukey (p≤0,05) e Análise de Componentes Principais (ACP) a partir de matriz de correlação de *Pearson* (n-1) utilizando o software XLStat (2015).

3 Resultados e Discussão

A Tabela 2 apresenta os resultados das concentrações dos compostos fenólicos por classe de cada vinho base elaborado neste estudo, além da somatória dessas classes, apresentando os teores totais de compostos fenólicos para cada tratamento empregado.

O vinho controle apresentou maior concentração de ácidos Fenólicos (32,93 mg L⁻¹) e estilbenos (0,47 mg L⁻¹). No entanto, a utilização do chip de carvalho francês, independentemente do grau de tostagem, aumentou a concentração dos flavanóis, o que possivelmente pode elevar a capacidade antioxidante do vinho base e consequentemente do espumante Viognier, devido ao alto potencial de sequestro de radicais livres desses compostos de acordo com a literatura [9].

Tabela 2. Compostos fenólicos por classe dos vinhos base para espumante da cv. Viognier elaborados com adição de chips de carvalho francês

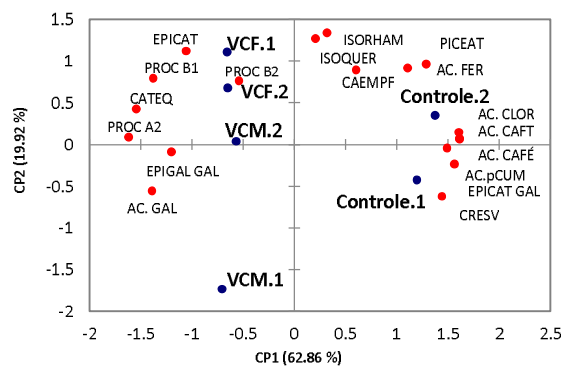
Compostos Fenólicos por Classe (mg L ⁻¹)	Tratamentos ^{1,2}		
	Controle	VCF	VCM
Ácidos Fenólicos	32.93 a	19.65 b	19.79 b
Flavanóis	5.39 b	5.69 a	5.63 a
Estilbenos	0.47 a	0.44 b	0.45 b

Flavanóis	1.33 a	1.34 a	1.30 a
Totais	40.12 a	27.13 b	27.17 b

¹Médias seguidas de letras iguais na mesma linha não diferem significativamente ao nível de 5% de significância pelo teste de *Tukey*. ²Controle = Vinho sem adição de chips, VCF = Vinho com adição de chips de carvalho francês sem tostagem e VCM = Vinho com adição de chips de carvalho francês com média tostagem.

Na Análise de Componentes Principais (ACP) obtida com os resultados da quantificação dos 18 compostos fenólicos nos vinhos base para espumante brancos (Figura 1), pode-se observar que houve uma separação entre as amostras de acordo com o uso do chip de carvalho. Os dois componentes principais explicaram 82,78% da variabilidade total entre os tratamentos. A componente principal, CP1, separou os vinhos elaborados sem adição de chip (controle), localizado na parte positiva do eixo x, dos vinhos que utilizaram o chip em sua elaboração, VCF e VCM, localizados do lado negativo do eixo x.

Figura 1. Análise de Componentes Principais (ACP) obtida a partir da quantificação dos compostos fenólicos (n = 18) nos vinhos base para espumante da cultivar Viognier elaborados com adição de chips de carvalho francês



*Controle = Vinho sem adição de chip, VCF = Vinho com adição de chips de carvalho francês sem tostagem e VCM = Vinho com adição de chips de carvalho francês com média tostagem.

Os compostos fenólicos que explicam a variabilidade da CP1 são a maior parte dos ácidos fenólicos e os estilbenos na parte positiva da CP1 onde está localizado o vinho base controle, e a maioria dos flavanóis e o ácido gálico na parte negativa, junto aos vinhos base elaborados com chip de carvalho. A já conhecida presença dos taninos hidrolisáveis nos chips explicam a influência do ácido gálico na separação visto que ele é um dos ácidos liberados durante o contato da madeira com o vinho [10].

Relacionando estes resultados da ACP com o encontrado na Tabela 2, verificamos que a CP1 explica bem a separação do vinho Controle que apresentou as maiores concentrações encontradas para os ácidos fenólicos e estilbenos, e menores concentrações de flavanóis.

4 Conclusão

A utilização de chips de carvalho francês, independente do grau de tostagem, durante o processo de elaboração do vinho base, pode possibilitar uma melhoria na qualidade



nutricional do espumante da cultivar Vioignier, visto que proporcionou um incremento nos teores de flavanóis.

Referências

45. Ministério da Agricultura, Pecuário e Abastecimento, Brasil: *Portaria n° 299, de 17 de junho de 2010*, (2010).
46. M. T. Liberatore, S. Pati, M. A. Del Nobile, E. La Notte. Aroma quality improvement of Chardonnay white by fermentation and ageing in barrique on less. *Food Research International*, **43** (4): 996-1002 (2010).
47. V. L. G. Afonso. Sensory descriptive analysis between white wines fermented with oak chips and in barrels. *Journal of Food Science*, **67** (6): 2415-2419 (2002).
48. P. Arapitsas, A. Antonopoulos, E. Stefanou, V.G. Dourtoglou. Artificial aging of wines using oak chips. *Food Chemistry*. 86 (4): 563-570 (2004)
49. M.E. Alañón, H. Rubio, M.C. Díaz Maroto, M. S. Pérez-Coello. Monosaccharide anhydrides, new markers of toasted oak wood used for ageing wines and distillates. *Food Chemistry*. 119 (2): 505-512 (2010).
50. OIV, International Organization of vine and wine. *Resolution: Viti-oenol 1/2005* (2005).
51. M. J. Cabrita, H. Roque, R. Garcia, D. B. Dias. Ácidos fenólicos, aldeídos fenólicos e derivados furânicos em aparas de madeira de carvalho francês e americano. Livro das Actas do 8º *Simpósio de Vitivinicultura do Alentejo*. p. 101-109 (2010).
52. M. M. P. Natividade, G. E. Pereira, L. C. Correia, S. V. C. Souza, L. C. O Lima. Simultaneous analysis of 25 phenolic compounds in grape juice for HPLC: Method validation and characterization of São Francisco Valley samples. *Microchemical Journal* **110**: 665-674 (2013).
53. P. Ribereau-Gayon, Y. Glories. *Handbook of Enology: Volume 2. The Chemistry of Wine Stabilization and Treatments* 2º ed. John Wiley & Sons Ltd. (2006).
54. J. L. Puech, F. Feuillat, J. R. Mosedale. The tannins of oak heartwood: structure, properties, and their influence on wine flavor. *Am J Enol Vitic*, **50**: 665-674 (1999).

Agradecimentos

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia (FAPESB) N° BOL0723/2019