

Comportamento de ésteres hidroxicinâmicos durante a vinificação de vinhos brancos⁽¹⁾

Neidi Garcia Penna⁽²⁾, Carlos Eugenio Daudt⁽²⁾ e João Antônio Pêgas Henriques⁽³⁾

Resumo – O objetivo deste trabalho foi determinar o conteúdo de ácido caftárico e cutárico em mostos e vinhos brancos, nos vários estágios da vinificação. Foram utilizadas cultivares de uva branca, Chenin Blanc e Sauvignon Blanc (*Vitis vinifera*) cultivadas em Santana do Livramento, RS, e Niágara (*Vitis labrusca*), cultivada em Santa Maria, RS, das safras de 1997, 1998 e 1999. O conteúdo desses compostos foi determinado por meio de cromatografia líquida de alta eficiência, na fase de esmagamento da uva, durante a fermentação, e no vinho pronto para o consumo. Concentrações de ácido caftárico foram geralmente mais altas do que as de ácido cutárico, tanto em mosto quanto em vinho. A quantidade média de ácido caftárico no mosto, nas três cultivares, foi de 61,25 mg/L, enquanto no vinho correspondente, foi de 32,10 mg/L, comprovando a diminuição deste composto durante a fermentação. Comportamento semelhante foi observado em relação ao ácido cutárico (22,63 e 9,00 mg/L, respectivamente no mosto e no vinho). Em amostras coletadas seis meses após o engarrafamento, observou-se também uma diminuição dos dois compostos, porém em menor proporção.

Termos para indexação: *Vitis vinifera*, *Vitis labrusca*, ácido caftárico, ácido cutárico.

Performance of hydroxycinnamic esters during white wine vinification

Abstract – The objective of this work was to quantify caftaric acid and cutaric acid in musts and wines during the vinification phases. White grape cultivars Chenin Blanc and Sauvignon Blanc (*Vitis vinifera*) cultivated in Santana do Livramento, RS, and Niágara (*Vitis labrusca*) cultivated in Santa Maria, RS, Brazil, were used in 1997, 1998 and 1999. Content of the compounds was determined through high performance liquid chromatography in grape crushing, during fermentation and when the wine was ready to be consumed. Generally, the caftaric acid concentrations were higher than the cutaric acid concentrations, in musts as much as in wine. The average quantity of caftaric acid in must, in the three cultivars, was 61.25 mg/L, while in the corresponding wine it was 32.10 mg/L, proving a decrease of this compound during fermentation. A similar performance was observed for cutaric acid (22.63 and 9.00 mg/L, respectively for must and wine). In samples collected six months after bottling, a decrease was also observed in these two compounds, but in a smaller proportion.

Index terms: *Vitis vinifera*, *Vitis labrusca*, caftaric acid, cutaric acid.

⁽¹⁾ Aceito para publicação em 28 de março de 2001.

Extraído da Tese de Doutorado do primeiro autor.

⁽²⁾ Universidade Federal de Santa Maria, Dep. de Tecnologia e Ciência dos Alimentos, km 9, Faixa de Camobi, CEP 97119-900 Santa Maria, RS.

E-mail: ngpenna@ccr.ufsm.br, ced.voy@zaz.com.br

⁽³⁾ Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Dep. de Biofísica, Caixa Postal 15005, CEP 91507-970 Porto Alegre, RS.
E-mail: pegas@dna.cbiot.ufrgs.br

Introdução

Os compostos fenólicos encontrados em uvas e vinhos podem ser separados em dois grandes grupos em razão da similaridade de suas cadeias de átomos de carbono: não-flavonóides (fenóis simples ou ácidos) e flavonóides (Bonaga et al., 1990).

Dentro da classe dos fenóis ácidos estão os derivados dos ácidos cinâmicos e benzóicos, encontra-

dos, freqüentemente, na forma de ésteres de ácido tartárico (Baranowski & Nagel, 1981). Os fenóis ácidos se encontram distribuídos na casca e na polpa da uva (Macheix et al., 1991), e seus teores diminuem com o amadurecimento (Lee & Jaworski, 1989). Há variações consideráveis entre a proporção desses compostos em diferentes cultivares (Lee & Jaworski, 1988; Vrhovsek, 1998). Porcentagens de ácido caftárico e cutárico (ésteres de ácido tartárico com ácidos cafêico e p -cumárico) podem ser utilizadas para discriminação entre variedades de uvas (Macheix et al., 1991).

Nos vinhos, os fenóis ácidos são relevantes em virtude de sua alta concentração e capacidade de participar de reações de escurecimento (Cheynier et al., 1990a, 1990b; Rigaud et al., 1991; Mayen et al., 1997; Fernandez-Zurbano et al., 1998). Além disso, os fenóis têm sido freqüentemente associados com amargor e adstringência (Blanco et al., 1998). No entanto, testes sensoriais parecem indicar que, na quantidade em que são encontrados, não deveriam influenciar no sabor (Vérette et al., 1988).

As concentrações de ácido caftárico e cutárico diminuem bastante durante a fermentação. Perdas, porém em menor intensidade, são observadas durante o envelhecimento. Segundo Fernandez-Zurbano et al. (1998), os teores médios de ácido caftárico encontrados em vinhos são mais baixos do que nos mostos correspondentes. Esses teores são bastante variáveis, e tal variação deve-se à variedade da uva (Vrhovsek, 1998), às condições climáticas, à região de cultivo, ao processamento durante a vinificação (Betés-Saura et al., 1996; Blanco et al., 1998; Fernandez-Zurbano et al., 1999) ou à técnica de preparação da amostra para análise.

A presença dos ésteres hidroxicinâmicos é de fundamental importância, pois participam de reações de oxidação, principalmente em vinhos brancos. Durante a extração do mosto, o ácido caftárico é oxidado rapidamente a quinona por ação da enzima polifenoloxidase. A o -quinona do ácido, em um meio que contenha glutatona, reage espontaneamente com esta para formar o composto ácido 2-S-glutationilcaftárico, o qual não é substrato para

a polifenoloxidase, impedindo desta forma que a reação de escurecimento prossiga (Cheynier et al., 1990a, 1990b, 1995; Singleton & Cilliers, 1995).

O objetivo deste trabalho foi determinar o conteúdo de ácido caftárico e cutárico em mostos e vinhos brancos, nos vários estágios da vinificação.

Material e Métodos

Foram utilizadas duas cultivares de *Vitis vinifera*, Chenin Blanc e Sauvignon Blanc, oriundas da Seagram's do Brasil Indústria e Comércio Ltda, Santana do Livramento, RS, e uma cultivar de *Vitis labrusca*, Niágara, proveniente de um parreiral particular situado na localidade de Boca do Monte, Santa Maria, RS. As cultivares viníferas selecionadas eram conduzidas em sistema espaldeira, exceto a cultivar não-vinífera que era conduzida no sistema de latada. Na época da colheita, cerca de 20 kg de uva de cada cultivar foi colhida e congelada para posterior microvinificação. Para a realização do experimento foram utilizadas as safras de 1997, 1998 e 1999. Não foi efetuada a correção de açúcar do mosto em nenhuma safra vitícola.

As uvas foram esmagadas e desengaçadas manualmente para obtenção dos respectivos mostos, e acondicionadas em recipientes de vidro para fermentação. O experimento foi feito em duplicata para cada cultivar. Após o esmagamento, foi efetuada a clarificação do mosto, deixando-o em repouso por um certo tempo para a separação por decantação das substâncias sólidas. Em seguida, realizou-se coleta de amostras para determinação das características analíticas dos mostos: sólidos solúveis totais ($^{\circ}$ Brix), pH e acidez total, conforme Amerine & Ough (1980), e compostos fenólicos.

Imediatamente, foi adicionado 100 ppm de SO_2 em todos os recipientes de fermentação. Após uma hora, inoculou-se a cultura comercial de *Saccharomyces cerevisiae*, Levuline ALS, em todos os recipientes de fermentação. Após rápida hidratação, em um pequeno volume de mosto, e mantida à temperatura ambiente por 30-60 minutos, a cultura de levedura foi inoculada diretamente no mosto na concentração de 20 g/hL.

Após 24 horas, foi coletada mais uma amostra de todos os recipientes de fermentação, os quais foram fechados com dispositivos que permitem a saída de gás carbônico e impedem a entrada de oxigênio.

A fermentação alcoólica ocorreu com temperaturas entre 16°C e 19°C e foi acompanhada com leituras do $^{\circ}$ Brix, através de um sacarímetro de Brix. As amostras foram coletadas durante a fermentação – em intervalos de cerca de 3 $^{\circ}$ Brix –, no final da fermentação, antes da primeira e segunda trasfega, e dois e seis meses após o engarrafamento.

O final da fermentação foi confirmado por duas leituras do °Brix idênticas, a uma mesma temperatura, com intervalo de 24 horas, e através do açúcar redutor, conforme o método descrito por Amerine & Ough (1980).

Após o término das fermentações, os vinhos foram trasfegados para separação das borras. Posteriormente foi analisado o dióxido de enxofre e adicionadas quantidades necessárias para se obter valores em torno de 25 mg/L de SO₂ livre. Em seguida os vinhos foram engarrafados e mantidos em refrigeração. Amostras, de todas as cultivares, foram coletadas após dois e seis meses do engarrafamento.

Os ésteres hidroxicinâmicos foram separados e quantificados através da cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). O equipamento consistiu de um sistema modular VARIAN, equipado com bomba modelo nº 5050, detector UV/VIS modelo nº 5100, injetor tipo Reodyne, integrador modelo nº 4290, coluna de guarda (C18, 5 µm) modelo C-135 B e coluna de fase reversa Microsorb-MV C18 (4,6 x 250 mm de tamanho da coluna e 5 µm de tamanho de partícula). Foi utilizado como fase móvel, solução de ácido sulfúrico 0,02%, pH 2,5 com adição de 30% de metanol (Benassi, 1996). O solvente foi filtrado em sistema Millipore de filtração a vácuo, utilizando membranas de 0,2 µm. Antes do seu uso no cromatógrafo, foi degaseificado em ultra-som durante alguns minutos, empregando-se eluição isocrática. A separação dos ésteres hidroxicinâmicos foi realizada com uma velocidade de fluxo de 0,6 mL/min por cerca de 50 minutos. A detecção para a parte do cromatograma correspondente aos ácidos orgânicos foi feita a 210 nm e para a fração fenólica, a 278 nm.

A identificação dos compostos foi feita no próprio cromatógrafo com base nos tempos de retenção, no perfil dos espectros de absorção no UV, através da comparação com os padrões. Os picos com tempo de retenção ao redor de 32,2 e 45,7 minutos foi, a princípio, identificado pelo espectro de absorção no UV como sendo, respectivamente, os ácidos caftárico e cutárico, que não possuem padrões comerciais. Foi feita, então, hidrólise ácida e básica, para confirmar sua identidade (Buiarelli et al., 1995). Para a hidrólise em meio ácido, foram testados H₂SO₄ 2N e HCl 2N à temperatura de ebulição e diferentes tempos de reação. Os melhores resultados foram obtidos com o uso de HCl 2N, quando observaram-se diminuição constante nas áreas dos picos dos ésteres e aumento proporcional nos picos dos ácidos caféico e cumárico, o que permitiu confirmar a identidade dos ácidos caftárico e cutárico (Benassi, 1996). Na hidrólise em meio básico, foi utilizado NaOH 2N à temperatura ambiente, também com diferentes tempos de reação, porém este tratamento não mostrou resultados satisfatórios, pois não foi possível hidrolisar os ésteres e formaram-se produtos de degradação.

A quantificação foi feita por padronização externa. As curvas de calibração foram construídas com seis concentrações, em triplicata para cada composto (Ávila, 1995). Para quantificação dos ácidos caftárico e cutárico, considerou-se que suas absorvidades molares são iguais às dos ácidos caféico e cumárico, respectivamente (Archier et al., 1992).

As amostras de mosto e vinho branco foram centrifugadas a 3.000 rpm por 20 minutos e filtradas com filtro de membrana 0,45 µm (Millipore). Foi feito ajuste do pH entre 2 e 3 com HCl 2N. Após diluição com água na proporção de 1:5, as amostras foram injetadas diretamente no cromatógrafo. Nas amostras que sofreram hidrólise, o procedimento foi o mesmo, com exceção do ajuste de pH, que neste caso foi feito com solução de NaOH ou HCl, dependendo do caso.

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e as médias foram comparadas pelo teste de Duncan a 5% de probabilidade.

Resultados e Discussão

Na Tabela 1 são apresentados os dados referentes às datas de colheita e às análises realizadas nos mostos das uvas estudadas.

Os níveis de ácidos caftárico são maiores que os de ácido cutárico e as quantidades de ambos no mosto são maiores do que as encontradas no vinho correspondente (Tabela 2). Comportamento semelhante foi observado por Fernandez-Zurbano et al. (1998).

Na evolução dos ésteres hidroxicinâmicos durante as fases de vinificação da cultivar Chenin Blanc

Tabela 1. Data de colheitas e análises realizadas nos mostos das cultivares de uva Chenin Blanc, Sauvignon Blanc e Niágara nas safras de 1997, 1998 e 1999.

Colheita	°Brix	Acidez total (meq/L)	pH
Chenin Blanc			
13/2/97	12,9	89,7	3,57
19/1/98	14,1	115,7	3,34
4/1/99	13,2	100,7	3,49
Sauvignon Blanc			
17/2/97	13,9	79,7	3,96
2/2/98	16,2	83,3	3,55
5/2/99	14,1	78,0	3,57
Niágara			
28/1/97	14,3	61,7	3,65
23/1/98	14,2	65,3	3,46
17/1/99	17,0	90,1	3,18

(Figura 1) os valores desses compostos decresceram à medida que a fermentação ocorreu, até alcançar os valores já citados no vinho correspondente (Tabela 2). O comportamento da cultivar Sauvignon Blanc foi semelhante ao da Chenin Blanc (Figura 1). Durante a fermentação alcoólica ocorrem precipitações tartáricas, em razão do aumento no teor de álcool e da baixa temperatura, o que leva à diminuição do ácido tartárico disponível para se combinar com o ácido caféico ou cumárico. Esse comportamento durante a fermentação também foi observado por Somers et al. (1987) em uvas Riesling, Sémillon, Sauvignon Blanc e Chardonnay.

A evolução dos ácidos caftárico e cutárico durante a fermentação da cultivar Niágara foi semelhante à observada nas outras cultivares (Figura 1). Lee & Jaworski (1989) também trabalharam com a cultivar Niágara e observaram o mesmo comportamento.

Em geral os teores de ésteres hidroxicinâmicos são bastante variáveis entre as cultivares de uva. Isto, no entanto não aconteceu neste trabalho. Os teores de ácido caftárico ou cutárico foram bem próximos em todas as cultivares, independentemente de serem viníferas ou não-viníferas (Figura 1 e Tabela 2). As maiores alterações foram decorrentes das condições climáticas. Levando em consideração os valores médios encontrados em cada safra durante todo o período do experimento (fases da fermentação) em relação ao ácido caftárico, observa-se que existe diferença estatisticamente significativa entre

os anos de 1997 e 1998 na cultivar Sauvignon Blanc; entre os anos de 1997 e 1999 na Niágara; e entre 1998 e 1999 nas cultivares Chenin Blanc e Niágara (Figura 2). Com respeito ao ácido cutárico, as diferenças estatísticas foram significativas entre os anos de 1997 e 1998 na cultivar Sauvignon Blanc, e entre os anos de 1997 e 1999 na Niágara (Figura 3). As quantidades

Tabela 2. Conteúdo de ésteres hidroxicinâmicos em mostos e vinhos das cultivares de uva Chenin Blanc, Sauvignon Blanc e Niágara nas safras de 1997, 1998 e 1999.

Safra	Ácido caftárico (mg/L)		Ácido cutárico (mg/L)	
	Mosto	Vinho	Mosto	Vinho
Chenin Blanc				
1997	73,7	33,1	26,7	10,2
1998	58,3	31,1	22,2	7,5
1999	64,5	37,5	23,5	8,6
Sauvignon Blanc				
1997	75,6	42,0	24,8	11,1
1998	48,9	22,3	20,3	9,8
1999	70,0	42,0	22,0	10,3
Niágara				
1997	60,3	31,6	22,8	10,0
1998	57,7	29,5	21,2	8,1
1999	42,3	19,8	20,2	5,4

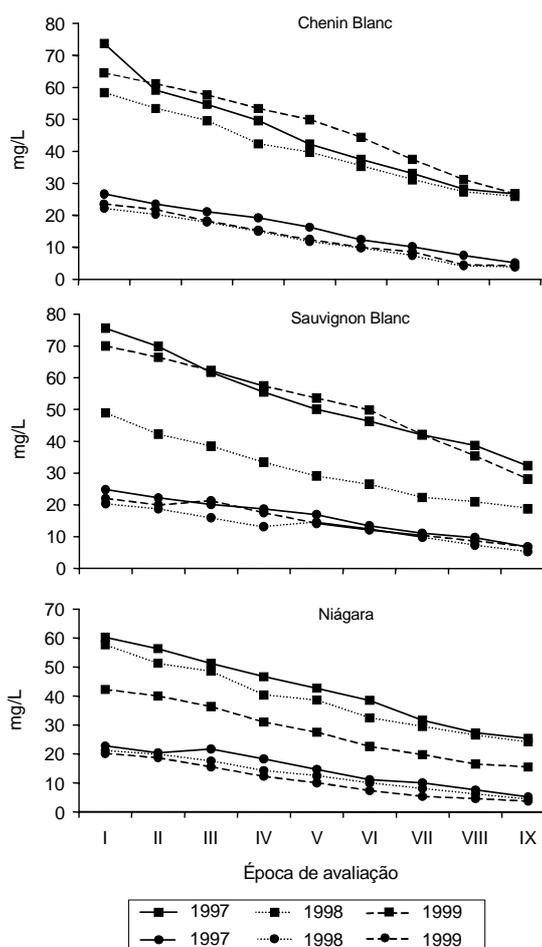


Figura 1. Comportamento de ácido caftárico (■) e ácido cutárico (●) durante e após a fermentação das cultivares de uva Chenin Blanc, Sauvignon Blanc e Niágara. A amostra I representa o mosto antes de fermentar; a amostra II, o mosto após a adição de levedura e SO₂; as amostras III, IV e V foram coletadas em intervalos de 3°Brix; a amostra VI representa o final da fermentação; a amostra VII, antes do engarrafamento; a amostra VIII, dois meses após o engarrafamento; a amostra IX foi coletada seis meses após engarrafamento.

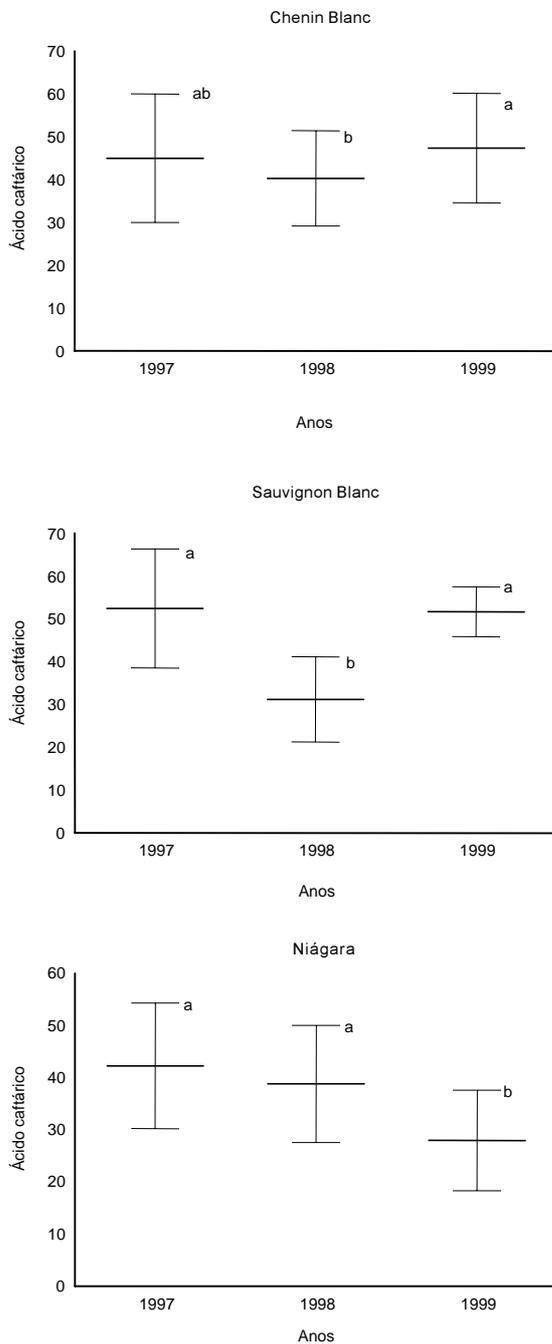


Figura 2. Valores médios (\pm DP) de ácido caftárico nos anos de 1997, 1998 e 1999 durante e após a fermentação dos vinhos provenientes das cultivares de uva Chenin Blanc, Sauvignon Blanc e Niágara. Letras iguais, não diferem significativamente a 5% de probabilidade pelo teste de Duncan.

de ácidos caftárico (Figura 2) ou cutárico (Figura 3) formados foram menores, em cultivares que eventualmente num ano ou noutra apresentaram maior teor de açúcar (Sauvignon Blanc em 1998 e Niágara em 1999) em decorrência da baixa quantidade de ácido orgânico para se combinar com os fenóis ácidos.

As concentrações de ésteres hidroxicinâmicos tendem também a diminuir durante o envelhecimento de vinhos, porém em menor proporção do que na fermentação. Assim, após dois e seis meses de envelhecimento (amostra VIII e IX, respectivamente), ocorreu uma diminuição desses compostos, porém não tão expressiva quanto durante a fermentação (Figura 1).

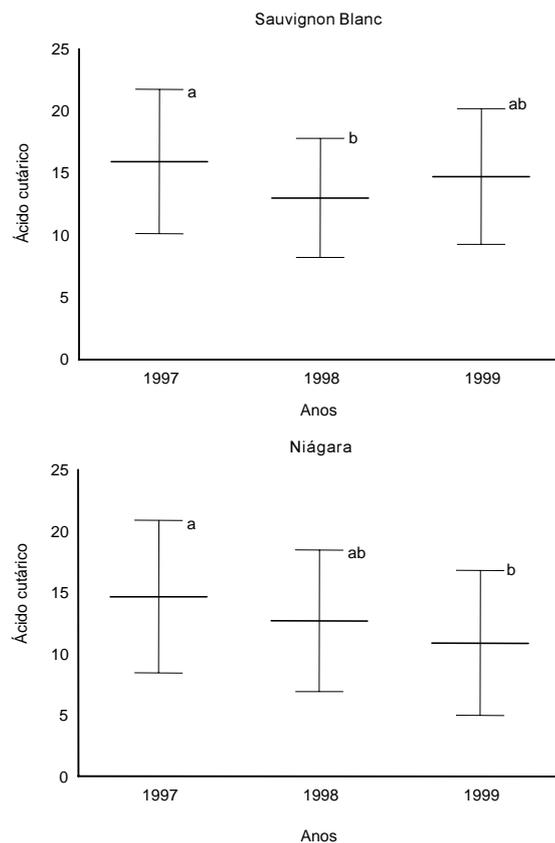


Figura 3. Valores médios (\pm DP) de ácido cutárico nos anos de 1997, 1998 e 1999 durante e após a fermentação dos vinhos provenientes das cultivares de uva Sauvignon Blanc e Niágara. Letras iguais não diferem significativamente a 5% de probabilidade pelo teste de Duncan.

Conclusões

1. As quantidades de ácido caftárico são geralmente maiores que as quantidades de ácido cutárico encontradas em mostos e vinhos brancos.

2. Ocorre uma diminuição, tanto de ácido caftárico quanto de ácido cutárico, durante a fermentação, portanto as quantidades que aparecem no mosto são maiores do que as encontradas no vinho correspondente.

3. Durante o período de conservação dos vinhos ocorre uma leve diminuição nos teores de ácido caftárico ou cutárico.

Referências

- AMERINE, M. A.; OUGH, C. S. **Wine and must analysis**. New York : J. Wiley, 1980. 121 p.
- ARCHIER, P.; COEN, S.; ROGGERO, J. P. Composition phénolique de vins issus de monocépages. **Sciences des Aliments**, Paris, v. 12, n. 3, p. 453-466, 1992.
- ÁVILA, L. D. **Indução da fermentação malolática em vinhos Gewürztraminer e Cabernet Sauvignon**. Santa Maria : UFSM, 1995. 123 p. Dissertação de Mestrado.
- BARANOWSKI, J. D.; NAGEL, C. W. Isolation and identification of the hydroxycinnamic acid derivatives in white Riesling wine. **American Journal of Enology and Viticulture**, Davis, v. 32, n. 1, p. 5-13, 1981.
- BENASSI, M. T. **Metodologia analítica para avaliação de parâmetros físico-químicos e sensoriais de qualidade em vinhos Riesling Itália nacionais**. Campinas : Unicamp, 1996. 149 p. Tese de Doutorado.
- BETÉS-SAURA, C.; ANDRÉS-LACUEVA, C.; LAMUELA-RAVENTÓS, R. M. Phenolics in white free run juices and wines from Penedés by high performance liquid chromatography: changes during vinification. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 44, n. 10, p. 3040-3046, 1996.
- BLANCO, V. Z.; AUW, J. M.; SIMS, C. A.; O'KEEFE, S. F. Effect of processing on phenolics of wines. **Process-Induced Chemical Changes in Food**, Chicago, v. 434, p. 327-340, 1998.
- BONAGA, G.; PALLOTTA, U.; SYRGI, K. Influenza delle sostanze polifenoliche sulla qualità dei vini bianchi. Parte prima. **Vini d'Italia**, Brescia, v. 4, p. 13-30, 1990.
- BUIARELLI, F.; CARTONI, G.; COCCIOLI, F.; LEVETSOVITOU, Z. Determination of phenolic acids in wine by high-performance liquid chromatography with a microbore column. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 695, p. 229-235, 1995.
- CHEYNIER, V.; FULCRAND, H.; GUYOT, S.; OSZMIANSKI, J.; MOUTOUNET, M. R. Reactions of enzymically generated quinones in relation to browning in grape musts and wines. In: NATIONAL MEETING OF THE AMERICAN CHEMICAL SOCIETY, 208., 1995, Washington. **Proceedings...** Washington : American Chemical Society, 1995. p. 130-143.
- CHEYNIER, V.; RIGAUD, J.; MOUTOUNET, M. Oxidation kinetics of *trans*-caffeoyltartrate and its glutathione derivatives in grape musts. **Phytochemistry**, Oxford, v. 29, n. 6, p. 1751-1753, 1990a.
- CHEYNIER, V.; RIGAUD, J.; SOUQUET, J. M.; DUPRAT, F.; MOUTOUNET, M. Must browning in relation to the behavior of phenolic compounds during oxidation. **American Journal of Enology and Viticulture**, Davis, v. 41, p. 346-349, 1990b.
- FERNANDEZ-ZURBANO, P.; FERREIRA, V.; ESCUDERO, A.; CACHO, J. Role of hydroxycinnamic acids and flavanols in the oxidation and browning of white wines. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 46, n. 12, p. 4937-4944, 1998.
- FERNANDEZ-ZURBANO, P.; FERREIRA, V.; PENA, C.; ESCUDERO, A.; CACHO, J. Effects of maceration time and pectolytic enzymes added during maceration on the phenolic composition of must. **Food Science and Technology International**, London, v. 5, n. 4, p. 319-325, 1999.
- LEE, C. Y.; JAWORSKI, A. Major phenolic compounds in ripening white grapes. **American Journal of Enology and Viticulture**, Davis, v. 40, n. 1, p. 43-46, 1989.
- LEE, C. Y.; JAWORSKI, A. Phenolics and browning potential of white grapes grown in New York. **American Journal of Enology and Viticulture**, Davis, v. 39, n. 4, p. 337-340, 1988.
- MACHEIX, J. J.; SAPI, J. C.; FLEURIET, A. Phenolic compounds and polyphenoloxidase in relation to browning in grapes and wines. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 30, n. 1, p. 441-486, 1991.
- MAYEN, M.; BARON, R.; MERIDA, J.; MEDINA, M. Changes in phenolic compounds during accelerated browning in white wines from cv. Pedro Ximenez and

- cv. Baladi grapes. **Food Chemistry**, Oxford, v. 58, n. 1/2, p. 89-95, 1997.
- RIGAUD, J.; CHEYNIER, V.; SOUQUET, J. M.; MOUTOUNET, M. Influence of must composition on phenolic oxidation kinetics. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Chichester, v. 57, p. 55-63, 1991.
- SINGLETON, V. L.; CILLIERS, J. J. L. Phenolic browning: a perspective from grape and wine research. In: NATIONAL MEETING OF THE AMERICAN CHEMICAL SOCIETY, 208., 1995, Washington. **Proceedings...** Washington : American Chemical Society, 1995. p. 23-48, 1995.
- SOMERS, T. C.; VÉRETTE, E.; POCOCK, K. Hydroxycinnamate esters of *Vitis vinifera*: changes during white vinification, and effects of exogenous enzymic hydrolysis. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Chichester, v. 40, p. 67-78, 1987.
- VÉRETTE, E.; NOBLE, A. C.; SOMERS, T. C. Hydroxycinnamates of *Vitis vinifera*: sensory assessment in relation to bitterness in white wines. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Chichester, v. 45, p. 267-272, 1988.
- VRHOVSEK, U. Extraction of hydroxycinnamoyltartaric acids from berries of different grape varieties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 46, n. 10, p. 4203-4208, 1998.