RESOLUCIÓN OIV-OENO 662C-2022

DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ VOLÁTIL EN ZUMO DE UVA, ZUMO DE UVA RECONSTITUIDO, ZUMO DE UVA CONCENTRADO Y NÉCTAR DE UVA

Método de tipo IV

LA ASAMBLEA GENERAL,

VISTO el artículo 2, párrafo iv del Acuerdo del 3 de abril de 2001 por el que se crea la Organización Internacional de la Viña y el Vino,A PROPUESTA de la Subcomisión “Métodos de Análisis”,

CONSIDERANDO la propuesta de aplicar el Método OIV-MA-AS313-02, “Acidez volátil”, del Compendio de Métodos Internacionales de Análisis de Vinos y Mostos al zumo de uva, el zumo de uva reconstituido, el zumo de uva concentrado y el néctar de uva,

CONSIDERANDO que, en el caso del zumo de uva concentrado, es necesario diluir la muestra antes del análisis,

DECIDE incorporar el siguiente método:

DETERMINACIÓN DE LA ACIDEZ VOLÁTIL EN ZUMO DE UVA, ZUMO DE UVA RECONSTITUIDO, ZUMO DE UVA CONCENTRADO Y NÉCTAR DE UVA

Método de tipo IV

1. Ámbito de aplicación

Este método permite determinar la acidez volátil en el zumo de uva, el zumo de uva reconstituido, el zumo de uva concentrado y el néctar de uva por valoración ácido-base, en el intervalo de concentraciones de 0,11□g/L a 1,09□g/L de ácido acético indicado.

2. Definición

La acidez volátil se debe a los ácidos de la serie acética presentes en el zumo de uva, el zumo de uva reconstituido, el zumo de uva concentrado y el néctar de uva, libres o

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

combinados formando sales.

3. Fundamento

Los ácidos volátiles se separan del zumo de uva, el zumo de uva reconstituido, el zumo de uva concentrado* y el néctar de uva mediante destilación por arrastre de vapor de agua y se valoran con una solución de hidróxido de sodio de concentración conocida. La acidez del dióxido de azufre libre y el dióxido de azufre combinado destilados en estas condiciones se debe restar de la acidez del destilado. También se debe restar la acidez del ácido sórbico que pueda haberse añadido al zumo de uva, al zumo de uva reconstituido, al zumo de uva concentrado o al néctar de uva.

Nota: Parte del ácido salicílico empleado para estabilizar el zumo de uva antes del análisis está presente en el destilado, por lo que es necesario determinarlo y restarlo de la acidez, como se indica en el apartado 7.3

4. Reactivos y materiales

4.1. Reactivos

4.1.1. Ácido tartárico al 99,5□% ($C_4H_6O_6$) CAS [87-69-4]

4.1.2. Solución 0,1□M de hidróxido de sodio (NaOH) CAS [1310-73-2]

4.1.3. Fenolftaleína al 98□% ($C_{20}H_{14}O_4$) CAS [77-09-8]

4.1.4. Ácido clorhídrico al 37□% (HCl) CAS [7647-01-0]

4.1.5. Solución 0,005□M de yodo (I_2) CAS [7553-56-2]

4.1.6. Yoduro de potasio al 99,0□% (KI) CAS [7681-11-0]

4.1.7. Almidón $(C_6H_{10}O_5)n$ CAS [9005-84-9]

4.1.8. Tetraborato de sodio al 99,5□% ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) CAS [1303-96-4]

4.1.9. Solución 0,1□M de ácido acético al 99,8□% (CH□COOH) CAS [64-19-7]

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

4.1.10. Ácido láctico al 85□% ($C_3H_6O_3$) CAS [50-21-5]

4.1.11. Cloruro de sodio al 99,0□% (NaCl) CAS [7647-14-5]

4.1.12. Solución 0,1□M de tiosulfato de sodio al 99,5□% ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) CAS [10102-17-7] o solución comercial

4.1.13. Sulfato de amonio y hierro(III) al 99,0□% ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) CAS [7783-83-7] 10 % (*m/v*)

4.1.14. Solución 0,01□M de salicilato de sodio al 99,5□% ($NaC_7H_5O_3$) CAS [54-21-7]

4.1.15. Etanol al 96□% (C_2H_6O) CAS [64-17-5]

4.1.16. Agua de tipo 1 (ISO 3696) o equivalente (ultrapura)

4.2. Preparación de las soluciones

4.2.1. Solución de fenolftaleína al 1□% *(m/v)*

Mezclar 1□g de fenolftaleína (4.1.3) con 100□mL de etanol (4.1.15).
Puede utilizarse una solución comercial.

4.2.2. Solución indicadora de almidón 5□g/L

Mezclar 5□g de almidón (4.1.7) con unos 500□mL de agua (4.1.16). Llevar a ebullición con agitación y hervir durante 10 minutos. Añadir 200□g de cloruro de sodio (4.1.11). Dejar enfriar y enrasar a 1 L con agua (4.1.16).

4.2.3. Solución saturada de tetraborato de sodio, unos 55 g/L

Mezclar 55□g de tetraborato de sodio (4.1.8) con 1□L de agua (4.1.16).

4.2.4. Solución 0,1□M de ácido láctico - 90□g/L

Diluir 100□mL de ácido láctico (4.1.10) en 400□mL de agua (4.1.16). Se puede, por ejemplo, calentar la solución en una cápsula al baño María durante 4 horas y rellenar de vez en cuando con agua (4.1.16). Dejar enfriar y enrasar a 1 L con agua (4.1.16). Valorar el ácido láctico en 10□mL con solución de hidróxido de sodio (4.1.2). Ajustar la concentración de la solución de ácido láctico a 90□g/L.

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

5. Equipo

5.1. Equipo de destilación por arrastre de vapor, compuesto por:

- un generador de vapor (el vapor no debe contener dióxido de carbono),
- un borboteador,
- una columna de rectificación,
- un refrigerante.

El equipo debe superar las tres pruebas siguientes:

a. a) Introducir 20 mL de agua destilada sin CO_2 en el borboteador. Recoger 250 mL de destilado y añadir 0,1 mL de la solución de hidróxido de sodio (4.1.2) y dos gotas de la solución de fenolftaleína (4.2.1). La coloración rosa debe persistir durante un mínimo de 10 segundos (vapor de agua sin dióxido de carbono).

b. b) Introducir 20 mL de la solución de ácido acético (4.1.9) en el borboteador. Recoger 250 mL de destilado. Valorar con la solución de hidróxido de sodio (4.1.2) y dos gotas de la solución de fenolftaleína (4.2.1). El volumen vertido debe ser, como mínimo, de 19,9 mL (ácido acético arrastrado $\geq$ 99,5 %).

c. c) Introducir 20 mL de la solución de ácido láctico (4.2.4) en el borboteador. Recoger 250 mL de destilado y valorar la acidez con la solución de hidróxido de sodio (4.1.2) y dos gotas de la solución de fenolftaleína (4.2.1). El volumen vertido debe ser igual o inferior a 1,0 mL (ácido láctico destilado $\leq$ 0,5 %).

Los equipos (automáticos o no) y las técnicas que superan estas pruebas se consideran equipos y técnicas internacionales oficiales.

5.2. Material volumétrico

5.3. Balanza analítica verificada

5.4. Pipetas aforadas de 10 mL y 20 mL

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

5.5. Bureta volumétrica

5.6. Baño María

6. Procedimient

6.1. Preparación de la muestra

Para eliminar el CO2 de los zumos de uva gasificados

Verter aproximadamente 50 mL de zumo de uva, zumo de uva reconstituido o néctar de uva en un matraz de Kitasato; con una trompa de agua, someter el matraz al vacío durante uno o dos minutos sin dejar de agitar. Se pueden utilizar otros sistemas siempre que garanticen la eliminación del CO_2.

6.2. Destilación por arrastre de vapor

Introducir 20□mL de zumo de uva, zumo de uva reconstituido, zumo de uva concentrado* o néctar de uva en el borboteador. Añadir unos 0,5□g de ácido tartárico (4.1.1). Recoger como mínimo 250□mL de destilado.

* Diluir el zumo de uva concentrado (200□g en 500□mL, por ejemplo) y multiplicar el resultado por el factor de dilución (en este caso, F□=□2,5).

6.3. Valoración

Valorar con la solución de hidróxido de sodio (4.1.2) y dos gotas de la solución de fenolftaleína (4.2.1) como indicador. Sea n el volumen de solución de hidróxido de sodio (4.1.2) empleado en la valoración, expresado en mL. Añadir 4 gotas de ácido clorhídrico (4.1.4) diluido 1:4 (v/v) con agua (4.1.16), 2□mL de la solución de almidón (4.2.2) y varios cristales de yoduro de potasio (4.1.6). Valorar el dióxido de azufre libre con la solución de yodo (4.1.5). Sea n' el volumen empleado en la valoración, expresado en mL. Añadir la solución saturada de tetraborato de sodio (4.2.3) hasta que vuelva a aparecer la coloración rosa. Valorar el dióxido de azufre combinado con la solución de yodo (4.1.5). Sea n'' el volumen empleado en la valoración, expresado en mL.

7. Cálculo de los resultados

7.1. Cálculos

La acidez volátil, expresada en miliequivalentes por litro y con una cifra decimal, es

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

igual a:

$$5(n - 0.1n' - 0.05n)$$

La acidez volátil, expresada en gramos de ácido acético por litro y con dos cifras decimales, es igual a:

$$0.30(n - 0.1n' - 0.05n'')$$

n = volumen (mL) de solución de hidróxido de sodio (4.1.2) empleado

n' = volumen (mL) de solución de yodo (4.1.5) empleado en la valoración del dióxido de azufre libre,

n'' = volumen (mL) de solución de yodo (4.1.5) empleado en la valoración del dióxido de azufre combinado,

Nota: En el caso del zumo de uva concentrado, multiplicar el resultado por el factor de dilución (F).

7.2. Muestras con ácido sórbico

Dado que un 96 % del ácido sórbico pasa a los 250 mL de destilado, hay que restarle a la acidez volátil la acidez debida al ácido sórbico, sabiendo que 100 mg de ácido sórbico corresponden a una acidez de 0,89 miliequivalentes, o 0,053 g de ácido acético, y determinando la concentración de ácido sórbico (en mg/L) por otros métodos.

7.3. Muestras con ácido salicílico

7.3.1. Detección del ácido salicílico en el destilado de la acidez volátil

Inmediatamente después de la determinación de la acidez volátil y la corrección del efecto del dióxido de azufre libre y combinado, introducir 0,5 mL de ácido clorhídrico (4.1.4), 3 mL de la solución de tiosulfato de sodio (4.1.12) y 1 mL de la solución de sulfato de amonio y hierro(III) (4.1.13) en un matraz de Erlenmeyer. Si el destilado contiene ácido salicílico, aparece una coloración violeta.

7.3.2. Determinación del ácido salicílico

Hacer una marca en el matraz de Erlenmeyer anterior para indicar el volumen de

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

destilado. Vaciar y enjuagar el matraz. Someter una nueva muestra de 20□mL de zumo de uva, zumo de uva reconstituido, zumo de uva concentrado (v. apartado 6.2) o néctar de uva a destilación por arrastre de vapor de agua y recoger el destilado en el matraz hasta alcanzar la marca. Comprobar que se recoge el mismo volumen de destilado que en el apartado 7.3.3. Añadir 0,3□mL de ácido clorhídrico (4.1.4) y 1□mL de la solución de sulfato de amonio y hierro(III) (4.1.13). El contenido del matraz vira a violeta. En un matraz de Erlenmeyer idéntico al que lleva la marca, verter agua destilada (4.1.16) hasta el nivel del destilado. Añadir 0,3□mL de ácido clorhídrico (4.1.4) y 1□mL de la solución de sulfato de amonio y hierro(III) (4.1.13). Valorar el agua destilada del matraz de Erlenmeyer con la solución de salicilato de sodio (4.1.14) hasta obtener una coloración violeta de la misma intensidad que la del matraz que contiene el destilado. Sea *n*□ el volumen de solución añadido desde la bureta, expresado en mL.

7.3.3. Corrección de la acidez volátil

Restar el volumen 0,1□×□*n*□□mL del volumen *n* mL de solución de hidróxido de sodio (4.1.2) empleado para valorar la acidez del destilado en la determinación de la acidez volátil

8. Características del método (a título ilustrativo)

Se llevó a cabo un estudio de validación con zumo de uva para evaluar la adecuación del método a las matrices en cuestión. Se determinaron la linealidad, los límites de detección y cuantificación y la exactitud del método. La exactitud se determinó a partir de la precisión y la veracidad del método.

8.1. Linealidad del método

El método es lineal en el intervalo de 0,11□g/L a 1,09□g/L, como se indica en la tabla 1.

8.2. Límite de detección y límite de cuantificación

El límite de detección (LD) y el límite de cuantificación (LC) se calcularon analizando 7 veces una solución acuosa de ácido acético de 0,11□g/L. El LD es igual a 3 veces la desviación estándar y el LC es igual a 10 veces la desviación estándar (tabla 1).

8.3. Precisión del método

Se tuvieron en cuenta la repetibilidad y la reproducibilidad, cuyos valores figuran en la tabla 1. La repetibilidad se determinó como la desviación estándar relativa (RSD%) de mediciones repetidas utilizando concentraciones de analito que se encuentran en el zumo de uva. La reproducibilidad se determinó como la media de la desviación

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

estándar relativa (RSD%) de mediciones con una misma muestra de zumo de uva realizadas por distintos operadores.

8.4. Veracidad del método

El porcentaje de recuperación se determinó a partir de una muestra de zumo de uva enriquecida con 6 concentraciones distintas de ácido acético (de 0,11□g/L a 1,09□ µg/L).

Tabla 1. Características del método

Intervalo de linealidad (g/L de ácido acético)	Coeficiente de correlación (r^2)	LD (g/L de ácido acético)	LC (g/L de ácido acético)	Repetibilidad (n□=□7) RSD%	Reproducibilidad (n□=□7) RSD%	Recuperación media (%)
0,11-1,09	0,9905	0,09	0,16	2,75	3,15	103,63

9. Bibliografía

1. OIV. Compendio de Métodos Internacionales de Análisis de Vinos y Mostos. Método OIV-MA-AS313-02:R2015.
2. BS EN ISO 3696. Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y métodos de ensayo (ISO 3696:1987).

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022