

## **ACIDEZ VOLÁTIL**

La acidez volátil se define como el conjunto de ácidos grasos de la serie acética que se hallan en el vino (ácido acético, fórmico, propiónico, butírico), disociados o no, ya sea al estado libre o combinados en forma de sales. Se excluyen de la acidez volátil los ácidos láctico y succínico, el ácido carbónico y el anhídrido sulfuroso libre y combinado.

### **DETERMINACIÓN DE ACIDEZ VOLÁTIL POR MÉTODO DE JAULMES.**

Este método se basa en la separación de los ácidos volátiles por arrastre con vapor de agua y rectificación de los vapores. Antes del arrastre se acidifica el vino con unos cristales de ácido tartárico, con lo cual logramos una mayor proporción de ácidos volátiles libres. Se deben tomar las precauciones necesarias para evitar la presencia del gas carbónico en el destilado. El indicador empleado es la fenolftaleína. La acidez del anhídrido sulfuroso libre y combinado destilado, no debe estar comprendida en la acidez volátil y debe restarse su equivalencia de la acidez del destilado, así como el ácido sórbico eventualmente presente.

La acidez volátil se expresa en g/L de ácido sulfúrico con una aproximación de  $\pm 0.02$ .

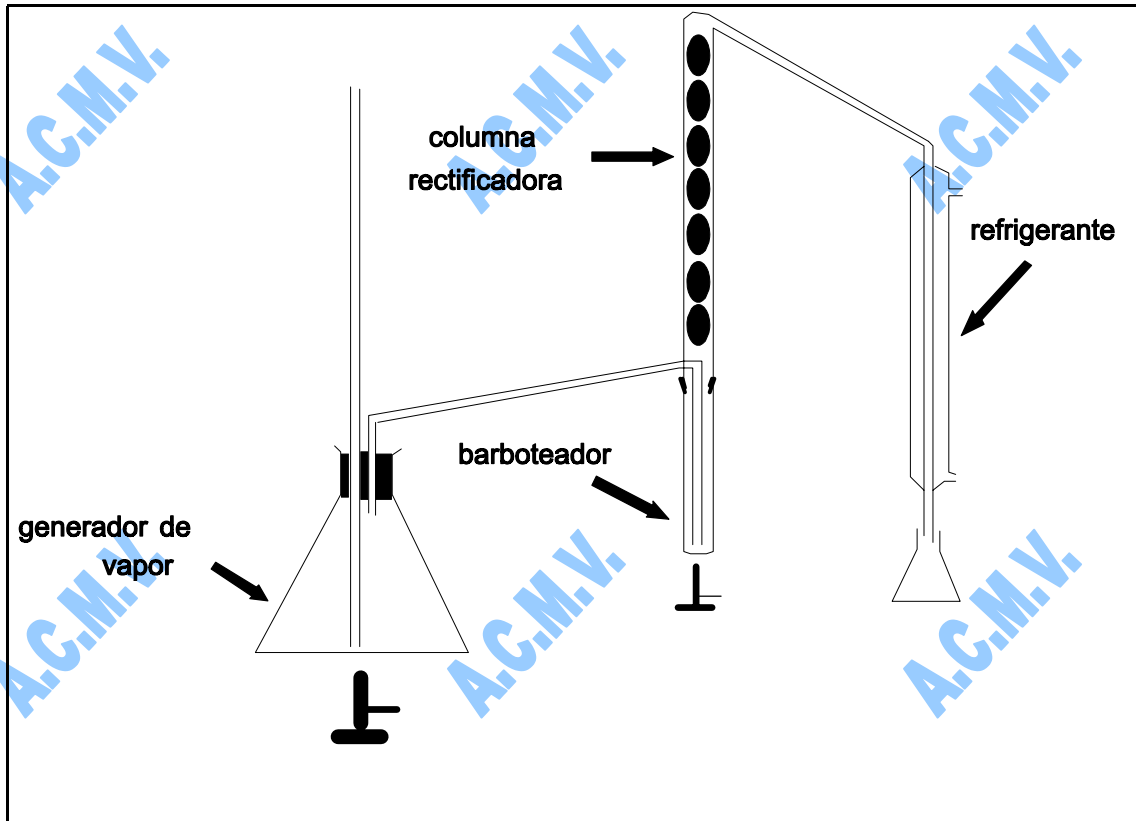
#### **Equipo necesario.**

El aparato consta de un generador de vapor de agua, de un barboteador en el cual se pone el vino, de una columna rectificadora y de un refrigerante, pudiéndose ver un esquema del mismo en la figura 1. El equipo que se utilice debe cumplir con las siguientes condiciones:

1- El vapor de agua producido por el generador debe quedar suficientemente exento de  $\text{CO}_2$ , como para que 250 mL de destilado adicionados de 0.1 mL de soda N/10 y de dos gotas de fenolftaleína al 1% presenten una coloración estable, durante diez segundos por lo menos.

2- En las condiciones habituales de empleo, el 99.5% del ácido acético en solución acuosa puesto en el barboteador en lugar de vino, deben encontrarse de nuevo en el destilado.

3- Si en lugar del vino, se pone en el barboteador una solución de ácido láctico puro, como máximo 5‰ de este ácido, deben encontrarse en el destilado obtenido en condiciones que permitan la destilación del 99.5% del ácido acético.



Las dimensiones sugeridas para un pequeño equipo son las siguientes:

- El vapor se genera en un matraz de 1.5 litros.
- El barboteador está formado por un tubo cilíndrico de 3 cm de diámetro y 27 cm de altura. Este tubo se puede calentar por un sistema de llama pequeña. El volumen del vino no debe aumentar ni disminuir más de 5 mL durante el proceso completo de arrastre. El tubo por el que entra el vapor debe desembocar 1 cm por encima del fondo del barboteador.
- El vapor cargado de ácidos volátiles pasa seguidamente a una columna de rectificación, constituida por un tubo cilíndrico de 20 mm de diámetro y 50 cm de altura, que contiene una hélice de tela de acero inoxidable con pliegues núm. 100 de 15 mm de paso.
- Un refrigerante de West de 40 cm de longitud activa, colocado verticalmente, condensa el vapor.

Soluciones y reactivos.

- Ácido tartárico puro.
- Solución de NaOH N/10.
- Solución de fenolftaleína al 1%.
- Solución de engrudo de almidón al 2%.
- HCl al 50%.
- Ioduro de potasio.
- Solución de Iodo N/100.
- Solución saturada de bórax o bicarbonato de sodio.

Procedimiento.

Para asegurarse de que el vapor generado esté exento de CO<sub>2</sub>, debe encenderse el equipo recogiendo aprox. 200 mL de destilado sin colocar la muestra en el barboteador. Otra forma es colocar el agua en el generador de vapor con el agregado de Ca(OH)<sub>2</sub> o Ba(OH)<sub>2</sub>.

Luego se coloca en el barboteador 20.00 mL de vino, previamente eliminado el gas carbónico por agitación al vacío y a temperatura ambiente (para esto se colocan 50 mL de vino en un matraz de un litro, y se agitan durante unos 2 minutos mientras se realiza vacío en el matraz por medio de una trompa de agua).

Se agregan 0.5 g de ácido tartárico y se destila hasta recoger 250 mL.

Este destilado se valora según los siguientes pasos:

- agregar 2 gotas de fenolftaleína y valorar con NaOH N/10 obteniendo un gasto n.
- luego acidificar el medio agregando dos o tres gotas de HCl al 50% hasta decolorar.<sup>1</sup>
- agregar 2 mL de engrudo de almidón, unos cristales de ioduro de potasio y valorar el anhídrido sulfuroso libre con iodo N/100, obteniendo un gasto n'.
- agregar aproximadamente 10 mL de solución de bórax o NaHCO<sub>3</sub>, debiendo tomar el destilado un color rosa pálido.<sup>1</sup>
- volver a valorar con iodo N/100 obteniendo un gasto n" que es equivalente al anhídrido sulfuroso combinado (el ión sulfito en presencia de un exceso de etanal se titula bien con yodo a pH 8,5-9)

---

<sup>1</sup> Las condiciones óptimas de estabilidad (medio ácido) y de inestabilidad (medio ligeramente alcalino) que permiten la dosificación yodométrica de la combinación fueron bien definidas. El ácido sulfuroso libre en exceso es oxidado en un medio acidificado; así no se corre el riesgo de la destrucción de una parte, aunque mínima, de la combinación. El ácido sulfuroso combinado con el etanal se dosifica en solución boratada entre pH 8.5 y 9.0, para lo cual el sulfito es progresivamente liberado en el curso de la oxidación de la fracción disociada. La gran inestabilidad de la combinación a ese pH permite su dosificación directa por el yodo; el viraje es mucho menos neto si la solución alcalina de borato se reemplaza por bicarbonato de sodio.

Cálculos.

$$\text{mEq ácido} = \text{mEq NaOH} = N_{\text{NaOH}} \cdot n = 0.1n$$

$$\text{mEq SO}_2 \text{ libre} = \text{mEq iodo} = N_{\text{iodo}} \cdot n' = 0.01n'$$

$$\text{mEq SO}_2 \text{ combinado} = 0.5 \cdot \text{mEq iodo} = 0.5 \cdot N_{\text{iodo}} \cdot n'' = 0.005n''$$

Para el cálculo de SO<sub>2</sub> combinado se utiliza un coeficiente 0.5 ya que el mismo actúa intercambiando un solo H<sup>+</sup> frente a la valoración con soda, pero en la valoración con iodo intercambia dos electrones, por lo tanto este coeficiente surge de la relación de pesos equivalentes frente a una reacción y a la otra.

Si la acidez se corrige por el contenido de SO<sub>2</sub>, se tiene que:

$$\text{mEq ac. volátil} = 0.1n - 0.01n' - 0.005n''$$

Para expresar el resultado en gramos de ácido sulfúrico, debe multiplicarse por el peso de un miliequivalente.

$$PE_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 49 \text{ g/Eq} \Rightarrow 1 \text{ mEq} = 0.049 \text{ g}$$

Dado que se trabaja con un volumen de muestra igual a 20 mL, para expresar la acidez en g/L tenemos:

$$\begin{array}{r} 0.049 (0.1n - 0.01n' - 0.005n'') \text{ g H}_2\text{SO}_4 \text{ ----- } 20 \text{ mL vino} \\ x \text{ g H}_2\text{SO}_4 \text{ ----- } 1000 \text{ mL vino} \end{array}$$

$$\text{Entonces } x = 49/200 (n - 0.1n' - 0.05n'')$$

Por lo tanto la acidez volátil expresada en gramos de ácido sulfúrico por litro se calcula según la siguiente fórmula:

$$\text{ac. volátil (g/L)} = 0.245 (n - n'/10 - n''/20)$$

**NOTA**

En el caso de vinos a los que se les ha adicionado ácido sórbico, conviene determinar este ácido sobre una pequeña parte del destilado, tomando la muestra antes de la primera valoración. El ácido sórbico se destila casi íntegramente al mismo tiempo que el ácido acético.

Para determinar el ácido sórbico, se mide en una probeta el volumen de destilado y se toman 0.5 mL en una cubeta de sílice de 1 cm de espesor, y añadir 1.5 mL de solución A (esta solución esta destinada a favorecer la oxidación del anhídrido sulfuroso por el oxígeno del aire, dando éste una absorción notable a 250 nm), cuya composición es la siguiente:

$$\begin{array}{ll} \text{NaHCO}_3 \text{ ..... } & 0.05 \text{ g} \\ \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \text{ ..... } & 0.001 \text{ g} \\ \text{Agua c.s.p. .... } & 1000 \text{ mL} \end{array}$$

Dejar la cubeta al aire durante unos minutos, luego medir la densidad óptica a 256 nm, tomando como líquido de referencia agua destilada.

El aparato se habrá calibrado con una solución de ácido sórbico de 20 mg/L (se prepara colocando 20 mg de ácido sórbico los cuales se disuelven en agua destilada caliente o 26.8 mg de sorbato de potasio los cuales se disuelven en agua fría, y luego se enrasa a un litro), poniendo 0.5 mL en una cubeta de 1 cm, con 1.5 mL de solución A.

Este método es aplicable de 10 a 300 mg de ácido sórbico por litro con un error del 1%.

Para vinos a los que se les han adicionado 200 mg de ácido sórbico por litro, la corrección que hay que restar a la cifra de acidez volátil es 0.088 g (expresada en ácido sulfúrico).

En el caso de muestras con agregado de ácido salicílico también debe realizarse la corrección por el arrastre de éste ácido, midiéndolo por colorimetría.