

RED INTERLABORATORIAL DE VINOS

DETERMINACIÓN DE ACIDEZ VOLÁTIL

1. Definición

La acidez volátil es la acidez debida a los ácidos grasos pertenecientes a la serie acética que se encuentran en los vinos, disociados o no, ya sea al estado libre o combinados en forma de sales.

2. Principio del método

Valoración de los ácidos volátiles separados del vino por arrastre de vapor de agua y rectificación de los vapores. El vino se acidifica agregando ácido tartárico antes del arrastre. El indicador empleado es la fenolftaleína.

Previamente debe eliminarse el anhídrido carbónico del vino.

La acidez debida al anhídrido sulfuroso libre y combinado destilado en dichas condiciones debe restarse de la acidez del destilado. En este caso el reactivo indicador es engrudo de almidón.

Debe restarse, asimismo, la acidez debida al ácido sórbico eventualmente añadido al vino.

3. Material necesario

3.1. Aparatos y material de vidrio

3.1.1. Aparato de arrastre de vapor de agua, compuesto por:

- Un generador de vapor de agua; el vapor de agua producido debe estar exento de anhídrido carbónico.
- Un barboteador.
- Una columna rectificadora.
- Un refrigerante.

Este aparato de arrastre de vapor de agua debe responder a los tres ensayos siguientes:

a) Vapor de agua exento de anhídrido carbónico:

Poner en el barboteador 20,00mL de agua destilada descarbonatada. Recoger 250mL de destilado en erlenmeyer de 500mL y añadirles 0,1mL de solución de hidróxido de sodio 0,1 N y dos gotas de solución de fenolftaleína. La coloración rosada debe permanecer estable durante, por lo menos, 10 segundos.

b) Ácido acético arrastrado mayor al 99,5%:

Poner en el barboteador 20,00mL de ácido acético 0,1 M. Recoger 250mL de destilado en erlenmeyer de 500mL. Valorar su acidez con la solución de hidróxido de sodio 0,1 N. El gasto de esta solución deberá ser, como mínimo, de 19,9mL.

c) Ácido láctico destilado menor al 0,5%:

Poner en el barboteador 20,00mL de solución de ácido láctico 1 M. Recoger 250mL de destilado en erlenmeyer de 500mL. Valorar su acidez con la solución de hidróxido de sodio 0,1 N. El gasto de esta solución deberá ser como máximo, de 0,1mL.

Todo aparato que satisfaga estos tres ensayos constituye un aparato oficial internacional.

3.1.2. Pipetas graduadas

3.1.3. Pipeta graduada de 20,00mL

3.1.4. Espátulas

3.1.5. Bureta de 10,00mL con pinza de mohr

3.1.6. Bureta de 10,00mL con llave de vidrio

3.1.7. Balanza al 0,0001g

3.1.8. Balanza al 0,1g

3.1.9. Vaso de bohemia de 250mL

3.1.10. Erlenmeyer de 1000mL

3.1.11. Matraz aforado de 1000,00mL

3.1.12. Probeta de teflón de 100mL

3.1.13. Matraz aforado de 100,00mL

3.2. Reactivos

3.2.1. Ácido tartárico cristalizado ($C_4H_6O_6$)

3.2.2. Hidróxido de sodio en lentejas (NaOH), ppa

3.2.3. Etanol neutro al 95-96% vol

3.2.4. Fenolftaleína

3.2.5. Ácido clorhídrico concentrado (HCl), densidad= 1,18 g/mL a 20°C

3.2.6. Yodo metálico (I_2), ppa

3.2.7. Yoduro de potasio cristalizado (KI), ppa

3.2.8. Almidón soluble ppa

3.2.9. Tetraborato de sodio decahidratado (bórax: $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)

3.2.10. Biftalato de potasio, $C_8H_5O_4K$, ppa.

3.2.11. Anhídrido arsenioso (As_2O_3), ppa

3.2.12. Bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$), ppa

3.2.13. Óxido de calcio (CaO)

3.2.14. Ácido sulfúrico (H_2SO_4), ppa, densidad= 1,84 g/mL

3.2.15. Ácido acético glacial (CH_3COOH), ppa, densidad= 1,06g/mL

3.2.16. Ácido láctico ($CH_3CHOHCOOH$), ppa

3.3. Soluciones

3.3.1. Solución de hidróxido de sodio al 50% (m/v)

Para preparar 1lt de NaOH al 50% pesar en balanza común (3.1.8) 500g de NaOH en lentejas (3.2.2), colocarlas en un erlenmeyer de 1000mL (3.1.10) ayudándose con un “embudo” de papel. Luego comenzar a agregar el agua destilada refrigerando constantemente el matraz pues la reacción es exotérmica. Con aproximadamente 600mL de agua se debe lograr disolver gran parte del NaOH. Evitar completar el matraz antes de disolverla en su totalidad. Para completar el volumen hasta 1000mL se debe esperar que se enfríe el líquido. Esta solución no se valora pero se utiliza como base para preparar la NaOH N/10.

3.3.2. Solución de fenolftaleína al 2% en etanol neutro al 95-96% vol.

Pesar 2g de fenolftaleína (3.2.4) en balanza común (3.1.8), colocar en vaso de bohemia de 250mL (3.1.9), disolver con etanol neutro al 96% vol. (3.2.3), completar hasta 100mL y homogeneizar.

3.3.3. Solución valorada de hidróxido de sodio 0,1 N

Tomar 8,2mL de NaOH al 50% (3.3.1) con pipeta graduada y colocarlos en un matraz aforado de 1000,00mL (3.1.11). El agua que se usará para enrasar debe estar previamente descarbonatada, para eso calentar 1,2 litros de agua destilada en un erlenmeyer manteniendo en hervor durante 10 minutos, enfriar, utilizar el agua para enrasar el matraz y homogeneizar.

Valoración de hidróxido de sodio 0,1 N

Para efectuar la valoración se trabaja pesando en forma exacta una masa próxima a los 0,15g (g_1) de biftalato de potasio (3.2.10) en balanza de precisión (3.1.6) y disolviéndolos en un vaso de bohemia de 250mL (3.1.7) con aproximadamente 30mL de agua destilada previamente descarbonatada. Se agregan 2 gotas de solución de fenolftaleína (3.3.3) y valoramos desde bureta de 10,00mL (3.1.5) hasta coloración rosada tenue que permanezca por lo menos 30 segundos, obteniendo un gasto n_1 de solución de NaOH expresados en mL. Repetir con otras dos tomas g_2 y g_3 de biftalato de potasio. Sean n_2 y n_3 los gastos correspondientes. Calcular las normalidades N_1 , N_2 y N_3 según:

$$N = \frac{1000 \times g}{204,22 \times n}$$

Promediar N_1 , N_2 y N_3 siempre y cuando no difieran en más de 0,001N. Si alguna de ellas difiere en más de 0,001N se deben realizar dos determinaciones más y promediar aquellas que difieran en menos de 0,001N. Expresar el resultado al 0,001N.

El factor que afectará al gasto de la solución de hidróxido de sodio se calcula según la fórmula:

$$F = \frac{NR}{0,1}$$

Donde NR es la normalidad calculada según lo explicado anteriormente.

3.3.4. Solución de ácido clorhídrico al 50% (v/v)

Se prepara diluyendo ácido clorhídrico (3.2.5) en una probeta (3.1.12) con 50mL de agua destilada, hasta llegar a 100mL, refrigerando. Homogeneizar con varilla de vidrio.

3.3.5. Solución de ácido sulfúrico al 10%

Se prepara diluyendo ácido sulfúrico (3.2.14) en una probeta (3.1.12) con 90mL de agua destilada, hasta llegar a 100mL, refrigerando. Homogeneizar con varilla de vidrio.

3.3.6. Solución de Arsenito de sodio N/25

Para preparar 1000,00mL, pesar en balanza de precisión (3.1.7) 1,9792g de As_2O_3 (3.2.11) el cual se encuentra en el desecador por ser muy higroscópico (12 hs. antes) y colocarlo en matraz de 1000,00mL, luego agregar 1,6g de hidróxido de sodio en lentejas (3.2.2) para ayudar a disolver, agitar hasta dilución total. Como hay exceso de hidróxido de sodio, neutralizar con ácido sulfúrico al 10% (3.3.5) usando como reactivo indicador fenolftaleína (3.3.2), que se coloca previamente a la neutralización, pasando de rosado a incoloro.

Por otro lado en un erlenmeyer de 500mL disolver 8g de bicarbonato de sodio (3.2.12) calentando a baño de agua en caso de ser necesario y enrasar. Si queda turbio filtrar.

Luego se agrega el bicarbonato en el matraz de 1000,00mL, si aparece el color rosado se vuelve a neutralizar con ácido sulfúrico al 10% (3.3.5), enrasar y homogeneizar. El bicarbonato actúa como base débil y si aparece el color rosado indica que el pH es débilmente básico por lo que se debe agregar ácido sulfúrico al 10% (3.3.5) para corregir a solución neutra.

Esta solución no se valora. Estabilidad 3 meses, luego pierde el título.

3.3.7. Solución de engrudo de almidón al 1%

Pesar en balanza común (3.1.8) 1g de almidón soluble ppa (3.2.8) y colocarlos en vaso de bohemia de 250mL (3.1.9), completar a 100mL con agua destilada. Calentar a fuego directo hasta ebullición agitando hasta que la solución quede transparente.

3.3.8. Solución de Yodo N/10 (0,1 N)

Para preparar 1000,00mL de solución N/10 es necesario tener en cuenta que el yodo sublima a temperatura ambiente, por lo tanto se debe dejar su pesada como último paso de la práctica. El yodo puro es poco soluble en agua, por lo que se debe agregar yoduro de potasio (3.2.7) que no interfiere en la solución y ayuda a la solubilización del yodo. La cantidad de yoduro de potasio a pesar es el doble de la de yodo y se hace en balanza común (3.1.8). Se pesa entonces 25,4g de KI y se pasa al matraz de 1000,00mL. Se pesa luego 12,7g de yodo (3.2.6) en balanza común (3.1.8) y se coloca en el mismo matraz agregando un poco de agua destilada (la mínima posible) y agitando. Una vez seguros de haber logrado disolver el yodo, enrasamos con agua destilada y homogeneizamos.

La valoración se hace con arsenito de sodio N/25 (3.3.6) usando como indicador engrudo de almidón al 2% (3.3.7).

Erlenmeyer: - 10,00mL de Arsenito de sodio N/25 (3.3.6)
 - 2mL de engrudo de almidón (3.3.7)
 - agua destilada

Bureta con llave de vidrio (3.1.6): solución de yodo a valorar (valoración directa).

El punto final de la valoración se logra cuando aparece color azulado que perdura por más de 15 segundos.

La valoración se reitera en tres oportunidades, al igual que la de soda, promediándose estos gastos (GR), siempre y cuando no difieran en más de 0,1mL, para el cálculo del factor con la fórmula:

$$F = \frac{4}{GR}$$

3.3.9. Solución de Yodo N/100 (0,01 N)

Tomar 10,00mL de la solución preparada según (3.3.8) y colocarlos en un matraz aforado de 100,00mL (3.1.13), enrasar con agua destilada y homogeneizar. El factor de la solución 0,01N será el mismo que el de la 0,1N de la cual se parte.

3.3.10. Solución saturada de bórax

Se agitan 5,5g de tetraborato de sodio decahidratado (3.2.9) en 100mL de agua destilada.

4. Preparación de la muestra

Eliminación del dióxido de carbono (CO₂). Colocar aproximadamente 50mL de vino en matraz erlenmeyer de 500mL. Llevar a la bomba de vacío durante 2 a 3 minutos aproximadamente, agitando. Analizar en el día.

5. Procedimiento

5.1. Destilación

Se debe agregar una punta de espátula con óxido de calcio (3.2.13) en polvo en el generador de vapor colocando agua destilada sin llenar el recipiente (entre 600 y 700mL).

En el barboteador se colocan 20,00mL de vino desprovisto de anhídrido carbónico como se indica en (4). Añadir una punta de espátula con ácido tartárico (3.2.1) y armar el aparato con el mechero que está debajo del generador de vapor encendido.

Recoger, por lo menos, 250mL de destilado cuidando que el volumen en el barboteador no varíe en ±5mL en el transcurso de la destilación.

5.2. Valoración del destilado

Valorar la acidez del destilado con la solución de hidróxido de sodio N/10 (3.3.3) en presencia de 2 gotas de fenolftaleína (3.3.2). Se denominará **n** mL al gasto de la solución de NaOH 0,1N.

Añadir 2 a 3 gotas de ácido clorhídrico diluido (3.3.4) (hasta decolorar), 2mL de engrudo de almidón (3.3.7) y una punta de espátula de Yoduro de Potasio (3.2.7). Valorar el anhídrido sulfuroso libre con la solución de yodo 0,01N (3.3.9). Se denominará **n'**mL al gasto de la solución de yodo N/100.

Agregar la solución saturada de bórax (3.3.10) hasta que reaparezca la coloración rosada. Normalmente esto se consigue con el agregado de 10mL de dicha solución. Valorar el anhídrido sulfuroso combinado con la solución de yodo 0,01N (3.3.9) hasta recoloración del engrudo de almidón. Se denominará **n''** mL al gasto de solución de yodo 0,01N.

6. Expresión de los resultados

La acidez volátil expresada en g de H₂SO₄/L de vino con una cifra decimal, será:

$$A = 0,245 \times \left(n - \frac{n'}{10} - \frac{n''}{20} \right)$$

Los valores de n, n' y n'' deberán ser multiplicados por el factor de la solución correspondiente para corregir el gasto al de las concentraciones adecuadas.