

PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT10: Productos Alimenticios** por el Subcomité Técnico **SC12: Productos Derivados** y aprobada por la COVENIN en su reunión No. 146 de fecha 07/05/97.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades:

Ministerio de Sanidad y Asistencia Social, Instituto Nacional de Higiene, Ministerio de Hacienda, Instituto de la Uva, CAVIN (Cámara Venezolana de la Industria Vitivinícola), CIVEA (Cámara de la Industria Venezolana de Especies Alcohólicas), Bodegas POMAR, Vitivinícola del Zulia, C.A., Productora Enotria, C.A., Industrias Tres Coronas, Marquint S.A., Riunite de Venezuela, United Destiller de Venezuela Pampero, IPECA.



NORMA VENEZOLANA
VINOS Y SUS DERIVADOS.
DETERMINACIÓN DE ACIDEZ TOTAL
Y ACIDEZ VOLÁTIL

COVENIN
3286:1997

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla el método de ensayo para la determinación cuantitativa de acidez total y acidez volátil en vinos y sus derivados.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa

3 MÉTODOS DE ENSAYO

3.1 Determinación de acidez total

3.1.1 Principio

Este método está basado en la determinación de ácidos libres valorables (ácido tartárico, málico, succínico y láctico) expresada como ácido tartárico, contenido en una muestra de vino ó sus derivados, por medio de una neutralización de las especies ácidas con hidróxido de sodio.

3.1.2 Aparatos

3.1.2.1 pH metro.

3.1.2.2 Beakers de vidrio de 250 ml y 400 ml.

3.1.2.3 Plancha de agitación magnética.

3.1.2.4 Agitador magnético

3.1.2.5 Bureta automática de 10 ml y apreciación de $\pm 0,05$ ml.

3.1.2.6 Pipeta volumétrica de 10 ml.

3.1.2.7 Cilindro graduado de 50 ó 100 ml.

3.1.3 Reactivos

3.1.3.1 Hidróxido de sodio 0,1 N (se prepara a partir de ampollas titrisol).

3.1.3.2 Agua desmineralizada ajustada a pH $8 \pm 0,1$.

3.1.4 Procedimiento

3.1.4.1 Eliminar el dióxido de carbono (CO_2) de la muestra en estudio con un método apropiado.

3.1.4.2 Agregar a un beaker, 100 ml de agua desmineralizada.

3.1.4.3 Calibrar el pH metro con la solución de buffer de pH 7.

3.1.4.4 Introducir el electrodo del pH metro en el agua y leer el pH.

3.1.4.5 Neutralizar con hidróxido de sodio hasta un pH de 8,1 con constante agitación.

3.1.4.6 Tomar 10 ml de la muestra, con pipeta volumétrica y agregarlos al agua, seguir agitando y medir el pH.

3.1.4.7 Titular con hidróxido de sodio 0,1 N hasta a un pH $8,0 \pm 1$.

3.1.4.8 Anotar el volumen de hidróxido de sodio gastado en la titulación de la muestra.

3.1.5 Cálculo

La acidez total en vinos se calcula mediante la siguiente expresión:

$$A_{ct} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_b \times P_{eq}}{V_{\text{muestra}}} \times 1000 \text{ml}$$

Donde:

A_{ct} = Acidez total, expresada como gramos de ácido tartárico por litro de muestra.

V_{NaOH} = Volumen de hidróxido de sodio 0,1 N gastado en la titulación.

N_b = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio (0,1 N).

P_{eq} = peso equivalente del ácido tartárico.

$V_{\text{(muestra)}}$ = volumen de la muestra (10 ml)

3.1.6 Expresión de los resultados

El resultado de la acidez total se expresada como gramos de ácido tartárico por litro de muestra (g/l)

3.1.7 Informe

El informe debe contener lo siguiente:

3.1.7.1 Fecha de realización del ensayo

3.1.7.2 Identificación completa de la muestra

3.1.7.3 Resultado del análisis realizado

3.1.7.4 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada

3.1.7.5 Nombre del analista

3.1.7.6 Observaciones.

3.2 Determinación de la acidez volátil

3.2.1 Principio

Este método está basado en la destilación por corriente de vapor sin descomposición de la acidez libre y la combinada (ácido fórmico, acético y butírico), no debe incluir los ácidos láctico, succínico ó sórbico, ni el dióxido de carbono (CO_2) ni el anhídrido sulfuroso (SO_2).

3.2.2 Aparatos

3.2.2.1 Matraz de erlenmeyer de 500 ml.

3.2.2.2 Trampa de vapor, conectada a un destilador.

3.2.2.3 Condensador.

3.2.2.4 Mechero.

3.2.2.5 Beaker de 500 ml y balón aforado de 100 ml.

3.2.2.6 Baño de agua fría

3.2.2.7 pH metro

3.2.2.8 Agitador magnético

3.2.2.9 Plancha de agitación magnética.

3.2.2.10 Bureta automática de 10 ml y apreciación de $\pm 0,05$.

3.2.2.11 Pipeta graduada

3.2.2.12 Cilindro graduado de 20 ml ó 50 ml.

3.2.3 Reactivos

3.2.3.1 Hidróxido de sodio 0,1 N.

3.2.3.2 Ácido clorhídrico concentrado.

3.2.3.3 Solución de almidón al 10 %.

3.2.3.4 Solución de yodo 0,01 N

3.2.3.5 Solución saturada de borato de sodio.

3.2.3.6 Agua desmineralizada, ajustada a pH $8,0 \pm 0,1$

3.2.3.7 Ácido tartárico

3.2.3.8 Ácido tánico

3.2.4 Procedimiento

3.2.4.1 Colocar aproximadamente 200 ml de agua en el erlenmeyer del destilador en corriente de vapor.

3.2.4.2 Medir 10 ml de muestra con pipeta volumétrica y transferirlos al tubo interno del destilador.

3.2.4.3 Agregar un cristal de ácido tartárico y una punta de espátula de ácido tánico (véase nota 1)

NOTA 1: El propósito de la adición del ácido tartárico y el ácido tánico a los 10 ml de muestra, es la de evitar la excesiva formación de espuma (también puede ser utilizado un antiespumante en su lugar).

3.2.4.4 Abrir la llave de escape de vapor del destilador.

3.2.4.5 Conectar el destilador con la trampa, el condensador y el matraz al condensador, para recoger el destilado.

3.2.4.6 Colocar el balón aforado en el baño de agua fría.

3.2.4.7 Prender el mechero y al salir el primer vapor por la llave, cerrar (véase nota 2), después de lo cual el vapor de agua comienza a burbujear en la muestra, arrastrando los ácidos volátiles.

NOTA 2: Se deja salir los primeros vapores del agua para liberar el dióxido de carbono CO_2 que puede estar contenido en el agua y que puede pasar al balón aforado, produciendo un error por exceso en la determinación de la acidez.

3.2.4.8 Sacar el balón aforado del baño, dejar reposar por un tiempo hasta que se establezca la temperatura y aforar.

3.2.4.9 Transferir el destilado a un beaker y llevar a 200 ml con agua desmineralizada cuyo pH ha sido ajustado previamente a pH $8,0 \pm 0,1$ (véase punto 3.1.4.5).

3.2.4.10 Colocar el agitador magnético en el beaker y agitar, introducir el electrodo del pH-metro (previamente calibrado con solución buffer pH 7) en la solución y hacer la lectura del pH.

3.2.4.11 Agitar continuamente, dejar caer desde la bureta gota a gota, solución de hidróxido de sodio 0,1 N hasta alcanzar un pH final de $8,0 \pm 0,1$.

3.2.4.12 Leer el volumen gastado de hidróxido de sodio 0,1 N, colocar el pH-metro en "standby", sacar el electrodo, lavar con agua desmineralizada y dejar inmerso en un beaker con agua desmineralizada.

3.2.4.13 El volumen de hidróxido de sodio 0,1 n gastado para la determinación de la acidez volátil, debe ser corregido debido a la interferencia que puede presentarse al anhídrido sulfuroso (SO_2) existente en la muestra y se procede de la siguiente manera:

3.2.4.13.1 Acidificar el destilado (después de titulado con hidróxido de sodio 0,1 N) con una gota de ácido clorhídrico concentrado.

3.2.4.13.2 Añadir dos ml de solución de almidón recientemente preparada y titular con solución de iodo (I_2) 0,01 N el anhídrido sulfuroso libre. Anotar el volumen iodo consumido.

3.2.4.13.3 Añadir 20 ml de solución saturada de borato de sodio y titular nuevamente con la solución de iodo 0,01 N, anotar el volumen de iodo consumido y que se corresponde con la titulación del anhídrido sulfuroso combinado con el acetaldehído.

3.2.5 Cálculo

El volumen corregido de hidróxido de sodio 0,1 N utilizado para el cálculo de la acidez volátil, será:

$$V_c = V - \frac{1}{10} (V' + V'/2)$$

Donde.

V_c = volumen corregido de base

V = volumen de hidróxido de sodio 0,1 N gastado en la titulación (punto 6.12 del procedimiento)

V' = Volumen de iodo 0,01 N gastado en la titulación del anhídrido sulfuroso libre (punto 3.2.4 .13.2)

V'' = Volumen de iodo 0,01 N gastado en la titulación del anhídrido sulfuroso combinado con el acetaldehído.

La acidez volátil se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Acidez volátil} = \frac{60,5 \times V_c \times N_B \times 1000}{10 \times 1000}$$

Donde:

60,5 = Peso equivalente del ácido acético

V_c = Volumen de hidróxido de sodio 0,1 N gastado en la titulación.

N_b = Normalidad del hidróxido de sodio

3.2.6 Expresión de los resultados

Los resultados son expresados como gramos de ácido acético por litro de muestra (g/l).

3.2.7 Informe

Véase punto 3.1.7

BIBLIOGRAFÍA

AOAC 1995, Official methods of analysis of AOAC international. XVI Ed., Vol. II, Cap. 28, Methods.

COVENIN
3286:1997

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



ICS: 67.160.10

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

ISBN: 980-06-1845-7

Descriptores: Vinos y sus derivados, determinación de acidez total, acidez volátil.