

# Adaptación de métodos de análisis a microescala para bebidas alcohólicas

María del Carmen Villar, Margarita Rodríguez, Laura Mirabal<sup>1</sup>

## Abstract (*Conversion to microscale of analytical methods for alcoholic beverages*)

The objective of this work is to develop microscale determinations for density, total acidity, sugars and free and total sulfur dioxide in alcoholic beverages.

We propose that microscale determinations can be successfully applied to the analysis of alcoholic beverages considering that this type of analysis has the following advantages: use of less reagents, reduction in the time employed in analysis, reproducibility in the results, safety in equipment handling, developing of manual and observation skills in the students. Additionally, the time of exposure to reagents and the amount of polluting wastes are reduced considerably.

Our microscale determinations resulted in a reduction of 90% in the amount of required reagents and sample size. The reagents concentrations specified in traditional methods were not modified. The results indicated that the microscale determinations were reproducible and could be adapted to other food analytical determinations.

It is concluded that microscale determinations can be successfully applied to the analysis of the parameters mentioned above in alcoholic beverages.

## Objetivo

Adaptar las determinaciones analíticas oficiales de densidad, acidez total, azúcares, anhídrido sulfuroso libre y combinado a microescala.

## Introducción

Las técnicas a microescala se proyectan como el mejor método experimental en enseñanza, investigación y desarrollo.

Al introducir este cambio en las determinaciones analíticas se logra reducir la cantidad de reactivos para análisis y, por tanto, el costo de los mismos, disminuyendo los productos de desecho, lo que abate el riesgo de accidentes y aumenta la seguridad en el manejo de material y reactivos al trabajar con

cantidades menores. Lo más importante es evitar la contaminación en agua y suelo ocasionada por los desechos del laboratorio.

El uso de microcantidades provee un gran avance en la manipulación segura de sustancias potencialmente peligrosas, por lo que el margen de seguridad se incrementa.

Para este trabajo se seleccionaron algunos de los análisis físicos y químicos más representativos de bebidas alcohólicas (vinos), que forman parte de los aspectos más importantes del control de calidad enológico. Todas las fases de elaboración de vinos se controlan actualmente mediante análisis químicos y sensoriales, cuyos resultados se definen desde la fecha de la vendimia hasta el momento de embotellar (Vogt, 1972).

Cada una de las técnicas analíticas servirá para llevar un control de calidad tanto de la materia prima (uva o mosto), producto obtenido en la fermentación alcohólica, como del producto terminado después de los trasiegos, clarificación, filtración, estabilización y embotellado.

## Metodología

- Se preparó al personal docente de nuestro laboratorio, a través de cursos en Química a Microescala.
- Se seleccionaron los métodos oficiales que pueden adaptarse a microescala, utilizando un alimento como base.
- Se adaptaron las técnicas analíticas actuales a microescala, utilizando el equipo y material adecuado.
- De acuerdo con los resultados experimentales se eligió el método con base en los siguientes criterios: menor uso de reactivos, menor tiempo, reproducibilidad de resultados y el análisis estadístico.

## Material, equipo y reactivos

Se trabajó con material de vidrio a microescala: microburetas, pipetas automáticas, bulbo de vidrio, pipetas Pasteur, matraces Erlenmeyer de 50 mL, matraces aforados de 10 mL, jeringas desechables en sustitución de pipeteadores, balanza analítica, parrillas de calentamiento (Szafran, 1992).

Se redujeron en 90% los reactivos y muestras. No se variaron las concentraciones de los reactivos utilizados en las determinaciones oficiales (ver la tabla 1).

<sup>1</sup> Facultad de Ciencias Químicas, UASLP, Av. Dr. Manuel Nava # 6, San Luis Potosí SLP, 78240 México.

Tel: (4) 826 2440 al 46, ext. 113, fax: (4) 826 2372

e-mail: mvillar@uaslp.mx

Recibido: 6 de julio de 1998; aceptado: 30 de octubre de 2000.

*Procedimientos*

Se realizaron tanto las determinaciones analíticas oficiales como a microescala con referencia a soluciones estándar (Amerine, 1976; González, 1989; Horwitz, 1980; Rodríguez, 1997; Winton, 1958).

A continuación se describen los métodos a microescala (Rodríguez, 1997):

*Densidad*

Se pesó exactamente en balanza analítica el pesafiltros limpio y seco con un bulbo de vidrio dentro. Se llenó el bulbo con agua destilada a 15°C, con ayuda de pipeta Pasteur y se volvió a pesar. Se sustituyó el agua por la muestra a la temperatura de 15°C y se conoció su peso.

La razón entre el peso del volumen de muestra y el peso del volumen de agua corresponde a la densidad de la muestra. Reportar en g/mL.

*Acidez total*

Se diluyó 1 mL de vino desprovisto de gas carbónico con 10 mL de agua destilada y se valoró con la solución de hidróxido de sodio en presencia de azul de bromotimol en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, utilizando una microbureta. Reportar en g/L de ácido tartárico.

*Azúcares*

Se midieron los reactivos de Fehling-Soxhlet (tabla 1) y se diluyeron con 20 mL de agua destilada en un matraz Erlenmeyer de 50 mL. Se colocó la muestra diluida en una microbureta para valorar la solución de Fehling calentando a ebullición hasta la obtención del precipitado de óxido cuproso y la decoloración del indicador azul de metileno. Reportar g/L de azúcar.

*Anhidrido sulfuroso libre*

Se diluyó 1 mL de vino desprovisto de gas carbónico con 10 mL de agua destilada, se agregaron los reactivos (tabla 1) en un matraz Erlenmeyer de 50 mL y se valoró el anhidrido sulfuroso libre con la solución de yodo en presencia del indicador, utilizando una microbureta. Reportar en ppm de anhidrido sulfuroso.

*Anhidrido sulfuroso total*

Se diluyó 1 mL de vino desprovisto de gas carbónico con 10 mL de agua destilada, se agregaron los reactivos (tabla 1) en un matraz Erlenmeyer de 50 mL y se valoró el anhidrido sulfuroso libre con la solución de yodo en presencia del indicador, utilizando una microbureta. Reportar en ppm de anhidrido sulfuroso.

Tabla 1. Relación de cantidad de muestra, reactivos empleados y tiempo de análisis entre el método oficial y a microescala

Parámetros	OFICIAL				MICROESCALA			
	Método	Volumen de muestra	Reactivos	Tiempo análisis	Método	Volumen de muestra	Reactivos	Tiempo de análisis
Densidad	Picnométrico	20 mL		10 min.	Picnométrico	1 mL		5 min
Acidez total	Volumétrico	10 mL	- NaOH 0.1 N - 1 mL Indicador - 30 mL agua	10 min.	Volumétrico	1 mL	- NaOH 0.1 N - 0.1 mL Indicador - 10 mL agua	5 min
Azúcares	Eynon-Lane		- R . F-S(5 + 5) - 40 mL agua - 0.1mL indicador	15 min.	Eynon-Lane		- R . F-S(1 + 1) - 20 mL agua - 0.01 mL Indicador	10 min
Anhidrido sulfuroso libre	Yodométrico	20 mL	- 5 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - 25 mg EDTA - Almidón - Yodo 0.02 N	15 min.	Yodométrico	1 mL	Se reduce al 90% la cantidad de reactivos	10 min
Anhidrido sulfuroso total	Yodométrico	20 mL	- 5 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - 5mL NaOH 4N - 25 mg EDTA - Almidón - Yodo 0.02 N	25 min	Yodométrico	1 mL	Se reduce al 90% la cantidad de reactivos	15 min

**Tabla 2.** Comparación de los valores obtenidos en la medición de algunos parámetros de bebidas alcohólicas realizados por los métodos Oficial y a Microescala

Parámetros	Oficial				Microescala			
	Valor medio	Desviación estándar	Cv <sub>s</sub> %	Incertidumbre p (0.05)	Valor medio	Desviación estándar	Cv <sub>s</sub> %	Incertidumbre p (0.05)
Densidad (g/mL)	1.072	0.022	1.97	± 0.015	1.061	0.021	2	± 0.015
Acidez total (g/L)	5.68	1.06	18.66	± 0.758	6.36	1.07	18	± 0.763
Azúcares (g/L)	213.33	19.41	9.1	± 20.36	218.3	13.66	6.25	± 14.13
Anhidrido Sulfuroso Libre (ppm)	47.1	1.21	2.57	± 1.27	47.2	2.86	2.12	± 2.99
Anhidrido Sulfuroso Total (ppm)	136.66	12.39	9.48	± 13.00	125.4	12.79	10.19	± 13.42

## Resultados

El análisis estadístico se basó en la recolección aleatoria de muestras, después de seleccionar por juicio los datos de los parámetros. Se sacaron promedios, desviaciones estándar y coeficientes de variación para poder comparar ambos métodos (Miller, 1993).

Se hizo una estimación a un nivel de confianza del 95% ( $p = 0.05$ ) con el modelo "t" de Student (tabla 2); se sacaron los rangos confiables con base en los valores de los parámetros obtenidos con el método oficial, dentro de los cuales podemos dar validez al método a microescala (tabla 3).

## Conclusiones

- Se trabajó con material de vidrio a microescala. No se variaron las concentraciones de los reactivos utilizados en las determinaciones. Se redujeron en 90% los reactivos y la cantidad de muestra. Se compararon resultados obtenidos con los métodos oficial y a microescala.
- Se realizó el control analítico del producto, utili-

zando la técnica a microescala propuesta, y cumplió con la norma de calidad.

- Por lo tanto, los métodos a microescala son aplicables para obtener resultados reproducibles, pudiendo adaptarse a determinaciones analíticas de los alimentos que se realizan en el laboratorio de Análisis Bromatológicos.
- Además de reducir desechos, se adquiere conciencia ecológica, mayor habilidad y destreza, mayor seguridad, menor toxicidad, y surge la inquietud de cambio. De nuestra actitud depende lograrlo.
- Cuando todo esto es considerado, son muchas las razones para trabajar en el laboratorio a microescala. Por los resultados obtenidos, consideramos que la microescala una alternativa de cambio. ▣

## Referencias bibliográficas

- 1) Amerine M.A., Ough C.S., *Análisis de Vinos y Mostos*, Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1976, p. 18-77, 109-115.
- 2) González Salgueiro A., *Métodos Usuales de Análisis de Vinos*, Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, España, 1989, p. 2-71.
- 3) Horwitz W., *Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists*, 33<sup>rd</sup> edition, AOAC, Washington, USA, 1980, p. 185-193.
- 4) Leslie F., Hart A.M.; Fisher H. J., *Análisis Moderno de los Alimentos*, Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1982, p. 34-62.
- 5) Miller J.C., Miller J.N., *Estadística para Química Analítica*, Editorial Addison Wesley Iberoamericana S.A., 2<sup>a</sup> ed., Wilmington, Delaware, USA, 1993, p. 20-61.
- 6) Rodríguez M., Villar C., Mirabal L., *Manual de Análisis Bromatológicos para Licenciados en Química*, Facultad de Ciencias Químicas, UASLP, 1996 y 1997, p. 55-67.
- 7) Szafran Z., Pike R., Foster J., *Microscale General Chemistry Laboratory with Selected Macroscale Experiments*, John Wiley Inc., New York, USA, 1992, p. 23-42.
- 8) Vogt Ernest, *Fabricación de Vinos*, Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1972, p. 251-281.
- 9) Winton A.L., Winton K.B., *Análisis de Alimentos*, 2<sup>a</sup> ed., Editorial Hispanoamericana, Barcelona, España, 1958, p. 789-861.

**Tabla 3.** Rangos confiables del Método Oficial y valor medio de los parámetros a Microescala.

Parámetros	p (0.05) Predicción oficial	Valor medio Microescala
Densidad (g/mL)	1.056 - 1.087	1.061
Acidez total (g/L)	4.92 - 6.43	6.36
Azúcares (g/L)	192.97 - 233.69	218.3
Anhidrido sulfuroso libre (ppm)	45.83 - 48.37	47.2
Anhidrido sulfuroso total (ppm)	117.66 - 143.66	125.45