



LABORATORIO TECNOLÓGICO DEL URUGUAY

www.latu.org.uy

# DESARROLLO DE UNA METODOLOGIA PARA LA DETERMINACION DE ACIDO CITRICO EN VINOS



innova 2013

Sexto Simposio Internacional de Innovación y Desarrollo de Alimentos

TORRES Marina (\*), ALCARRAZ Lucía, BALDYGA Natalia, CAMPANELLA Agustín, PUENTES Roberto.

(\*) mtorres@latu.org.uy

## ABSTRACT

Citric acid is naturally present in grapes at a level of 0,2- 0,5 g/L and is industrially used as additive due to its many properties (acidulant, scavenger, antioxidant, as well as flavoring agent)

However, its use as acidity regulator should be avoided, as it can be easily metabolized by lactic acid bacteria which produce acetic acid from citric acid. This obtained acetic acid raises the volatile acid content of wines, generating unpleasant aroma

There are international regulations regarding its use. Both Mercosur and European Community support up to 1.0 g/L of citric acid in wine. Due to the need of controlling citric acid's content in wines for export and in imported wines, and the absence of official methods, our laboratory developed and validated a methodology for analysis by Liquid Chromatography with Diode Array Detector

This work shows the development of an HPLC method to analyze citric acid in wine. Samples are degassed if necessary and filtered by 0.22 µ previous HPLC injection. The analysis uses a ligand exchange column with diluted sulfuric acid as mobile phase and a diode array detector. The technique is fit for purpose and meets the validation criteria of AOAC International

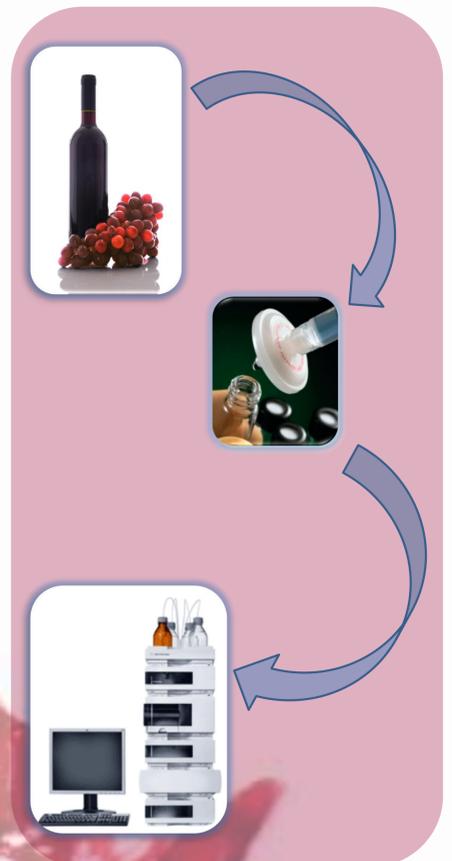
## INTRODUCCIÓN

El ácido cítrico se encuentra naturalmente presente en la uva y el contenido natural del mismo en vino está en el rango 0,2- 0,5 g/L, El ácido cítrico es también usado en la industria como aditivo debido a sus muchas propiedades como ser: acidulante, secuestrante, antioxidante, así como también agente saborizante y aromatizante. Sin embargo, su uso como corrector de la acidez de la vendimia debe evitarse, pues puede ser fácilmente metabolizado por bacterias lácticas produciéndose fermentación citroacética (ácido cítrico metabolizado a ácido acético) que eleva el contenido de ácidos volátiles de los vinos y genera además compuestos de aroma desagradable. En la industria vitivinícola su utilización se reduciría a la corrección final de la acidez en vinos blancos antes de embotellar, ya que al mismo tiempo le aporta al producto sensación de frescura y sabor cítrico. El uso en vinos tintos como corrector de la acidez no está recomendado, ya que en este tipo de vinos es mayor el riesgo de fermentación citroacética.

Existen a nivel internacional regulaciones en cuanto a su uso. Por ejemplo tanto en el Mercosur como en la Comunidad Europea se admite hasta 1,0g/L de ácido cítrico en vinos (Decreto 325/997-Reglamento Vitivinícola del Mercosur y CE N°423/2008 respectivamente).

Debido a la necesidad de controlar el contenido de ácido cítrico presente en vinos de exportación y en vinos importados, y a la ausencia de métodos oficiales, nuestro laboratorio desarrolló y validó una metodología de análisis por Cromatografía Líquida con detector de Arreglo de Diodos. En el presente trabajo se describe la metodología usada y se presentan los datos de validación de la misma para la cual se utilizaron muestras blancas adicionadas en nuestro laboratorio así como también excedentes de ensayos interlaboratorios con concentraciones conocidas.

## PROCEDIMIENTO ANALÍTICO



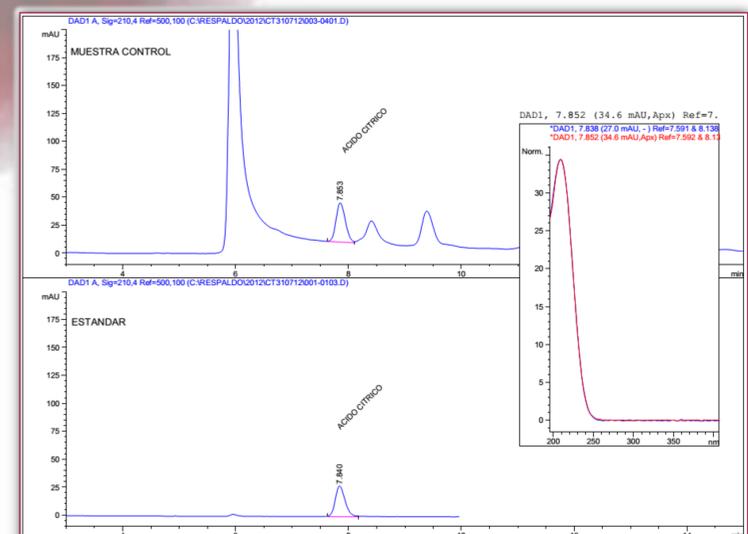
## PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

PARÁMETRO	RESULTADOS
EXACTITUD 1) VERACIDAD	Recuperación= 94,4% (n=6)
EXACTITUD 2) PRECISIÓN	REPETIBILIDAD RSD=1,5% (n=3)
	REPRODUCIBILIDAD INTERMEDIA iRSD= 6,4 % (n=4)
LINEALIDAD	0,3-38,0 µg/L (r <sup>2</sup> >0,997, n=8)
LOD	0,08 µg/L
LOQ	0,3 µg/L Estos valores son muy dependientes del tipo de muestra, pudiendo llegarse a límites menores en vinos blancos que en rojos
INCERTIDUMBRE	5,2% (95%, k=2)

## CONCLUSIONES

Este trabajo presenta el desarrollo de una técnica para analizar ácido cítrico en diferentes tipos de vinos. Los parámetros de validación obtenidos cumplen con las especificaciones internacionales sugeridas por AOAC International

DETECTOR	DAD (210 nm)
COLUMNA	Intercambio de ligando (Aminex 87H)
FASE MÓVIL	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10 mM
FLUJO	0,6 mL/min
TEMPERATURA	50 °C



Cromatograma de muestra control y estándar con el espectro UV correspondiente.