



## 9. QUÍMICA ENOLÓGICA:

Diseño de un laboratorio enológico  
Principales determinaciones del vino.  
Métodos oficiales y métodos rápidos de análisis

*(Curso de verano Universidad  
Palma de Mallorca)*

*Montserrat Iñiguez Crespo  
Estación Enológica de Haro  
La Rioja ----- España*



# Diseño de un Laboratorio

## SAUD Y CONDICIONES DE TRABAJO EN LOS LABORATORIOS

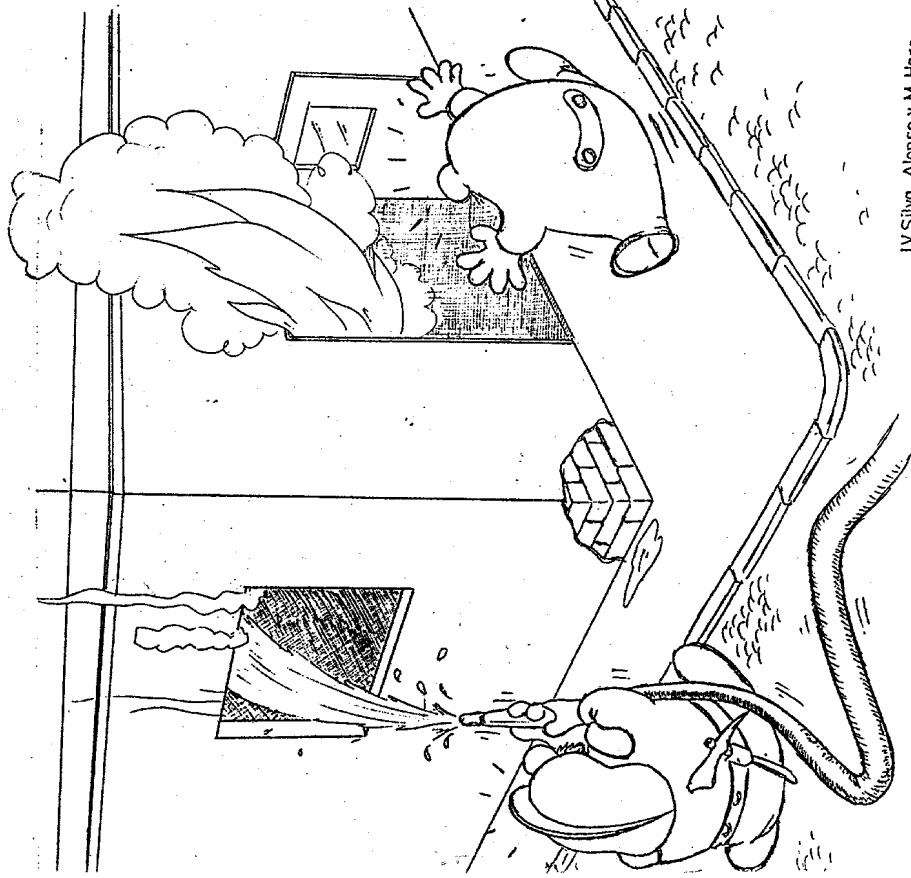
EL DISEÑO Y SU REALIZACION



J.V. Silva Alonso y M. Haro Velazquez

## SAUD Y CONDICIONES DE TRABAJO EN LOS LABORATORIOS

LIQUIDOS INFLAMABLES Y RIESGO DE INCENDIO



J.V. Silva Alonso y M. Haro

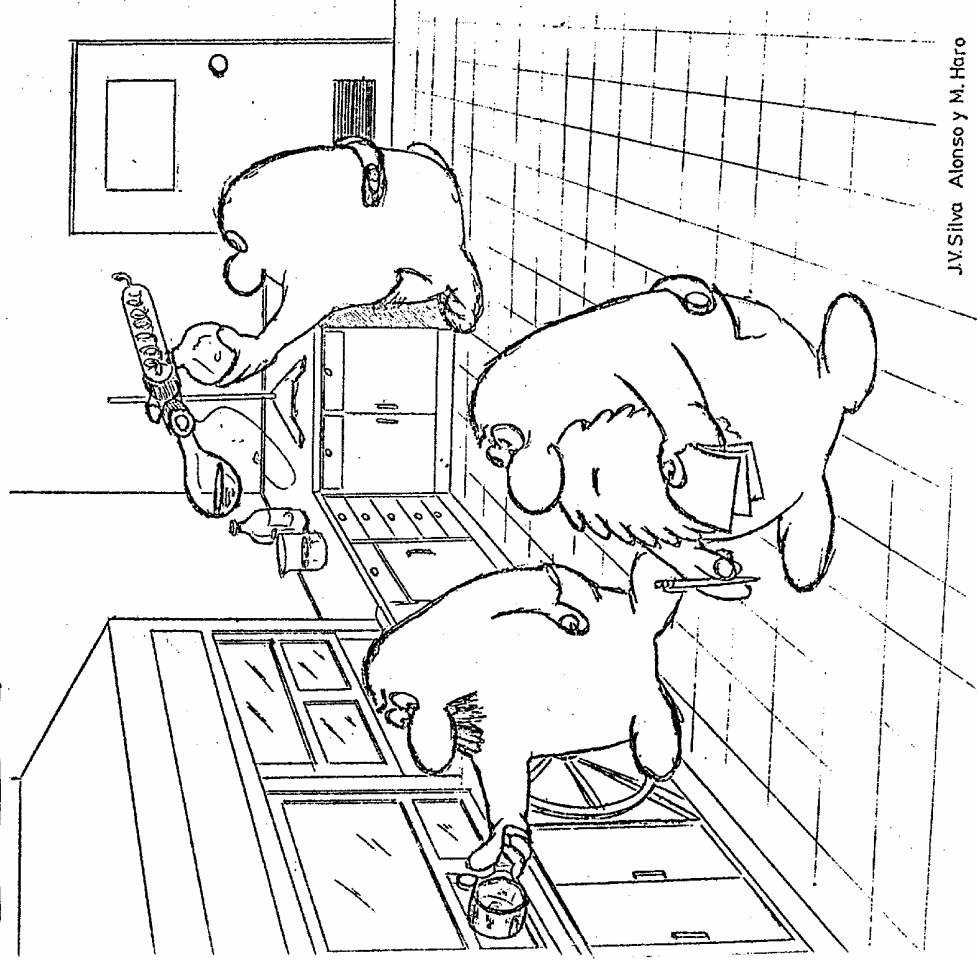
INSTITUTO NACIONAL DE SEGURIDAD E HIGIENE  
EN EL TRABAJO.

# Diseño de un Laboratorio

## SEGURIDAD Y CONDICIONES DE TRABAJO EN LOS LABORATORIOS

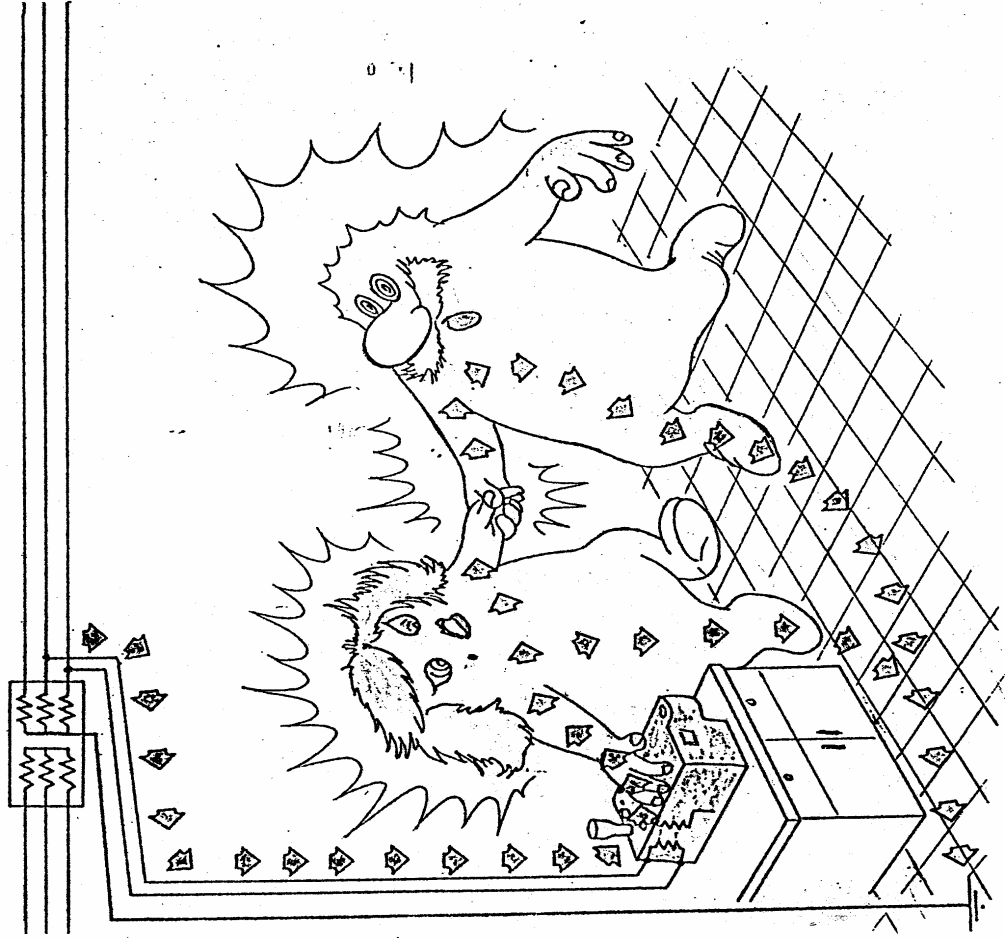
INSTALACION. ELECTRICA Y CHOQUE ELECTRICO

Ventilacion



J.V.Silva Alonso y M. Haro

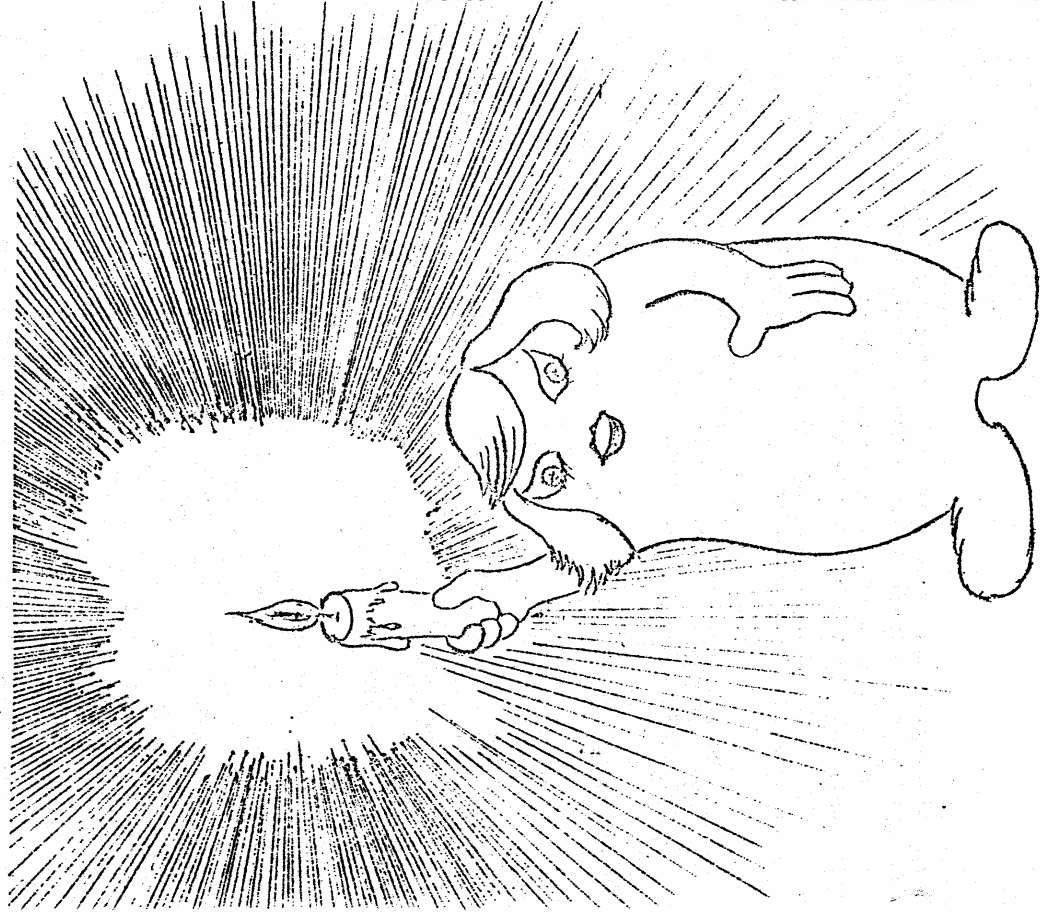
INSTITUTO NACIONAL DE SEGURIDAD E HIGIENE  
EN EL TRABAJO



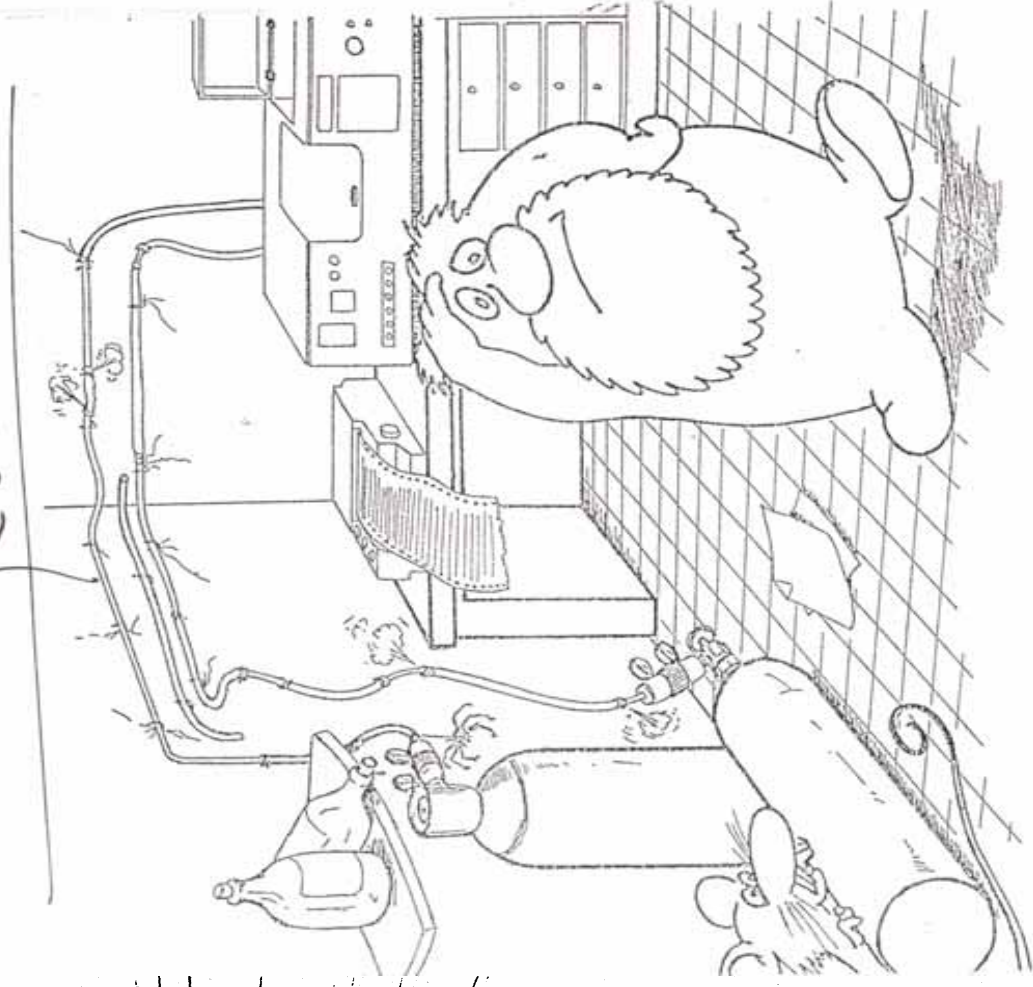
J.V.Silva Alonso y M. Haro

# Diseño de un Laboratorio

ILUMINACION Y SOBRECARGA VISUAL



Instalación de  
Pesos



## Necesidad de conocer la composición físico-química del vino

El conocimiento de los diferentes parámetros analíticos de un vino es una de las herramientas más útiles para la producción de vinos

Todas las fases de elaboración de vinos se controlan hoy en día analíticamente.

Desde fijar la fecha de la vendimia hasta la determinación del momento adecuado para embotellar

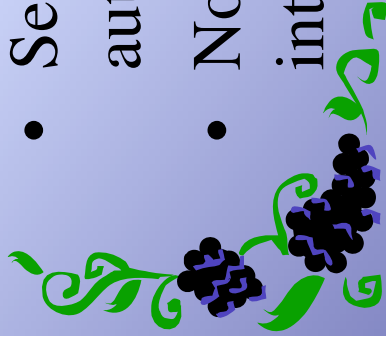
El control de calidad de la empresa tiene como objetivo productos de calidad de forma rentable.



## Necesidad de conocer la composición físico-química del vino

El análisis físico-químico nos dará:

- Una información inequívoca sobre origen y procedencia, permitiendo la tipificación racional del producto
- Se podrá seguir el desarrollo del producto para evitar accidentes durante su elaboración
- Se podrá determinar tratamientos adecuados que nos permitan mejorar los tipos de vinos
- Se podrá descubrir la utilización de practicas no autorizadas por motivos económicos o de otro tipo
- No se deberá olvidar que algunos de loa parámetros de interés están limitados por diferentes legislaciones



# Necesidad de conocer la composición físico-química del vino

Laboratorio



de control

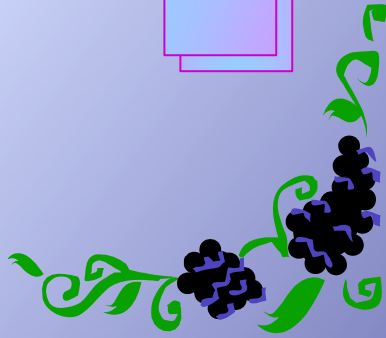
Calidad uva:  
evolución maduración

Procesos fermentativos

Estado propio del vino recién elaborado

Conservación del vino

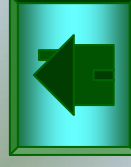
- \* Estabilización del vino y su evolución
- \* Repercusión de los tratamientos enológicos



## Calidad uva: evolución maduración, control calidad vendimia

La calidad del vino descansa básicamente en la calidad de la uva  
Parámetros que en principio nos definirán esa calidad

- Los clásicos.- Grado probable, Acidez total y pH
- Actuales.- Ácido Tartarico, Ácido Málico, Potasio, Ácido Gluconico
- Color.- Antocianos, IPT, Intensidad de Color y/o CIELab
- Precusores de Aromas.- difícil de evaluar de una manera rápida

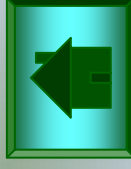




## Procesos fermentación

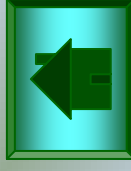
El control en estos procesos en bodega se limita generalmente a realizar un seguimiento de:

- Densidad y/o azucares, acidez volátil, acidez total, Ph, levaduras y/o bacterias
- Evolución de color
- Nivel de sulfuroso
- Seguimiento de cualquier problemática que se presente.-  
Residuos de pesticidas por parada



## Estado propio del vino recién elaborado

- Parámetros rutinarios.- Densidad, Grado alcohólico, Acidez Volátil, Acidez total, pH, Azúcares, SO<sub>2</sub> Libre y Total y Maloláctica
- Ácido Tartárico y Málico, Potasio, Calcio y algún otro catión si interesara
- Color
- Análisis de residuos de cualquier tratamiento que se haya realizado

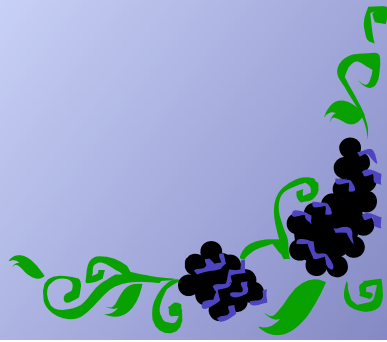


## Conservación del vino

- Rutinarios
- Color
- Componentes Volátiles Mayoritarios.- Etanal, Acetato de etilo, Metanol y Alcoholes Superiores
- Ácidos Orgánicos
- Conservantes
- Cationes
- Glicerol
- Pesticidas
- Aminas biogénicas
- Clorofenoles y anisoles
- Etc.....



# Laboratorios de Control Enológico



# Objetivos de un laboratorio

- Organizar los medios necesarios
- Controlar los resultados



# Organizar los medios necesarios

¿Se desea conocer la composición del vino, la calidad o la conformidad con la reglamentación vigente?

Cuando se realizan transacciones comerciales internacionales, el vino ha de ir acompañado necesariamente de un certificado de análisis.

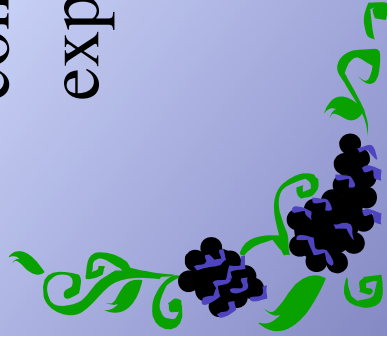
Las legislaciones internacionales obliga al conocimiento de mayor número de parámetros en los vinos y mayor precisión

El comercio del vino requiere a su vez celeridad en los resultados de estas determinaciones



# Servicios

- Bodega.- Control continuo de los parámetros esenciales mediante analíticas sencillas de los procesos desde la maduración de la uva hasta el producto en el mercado
- Enológicas, Laboratorios Agrarios y Laboratorios privados.- Ayuda al sector en todo tipo de análisis y con técnicas instrumentales que cubran sus expectativas.



# ESTACION ENOLOGICA

## SERVICIOS:

CONSEJO REGULADOR

BODEGAS

COSECHEROS



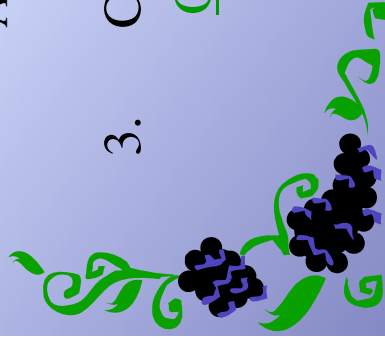


# CONTROL DE CALIDAD

## ANUAL

### CONSEJO REGULADOR

1. CONTROL ANALITICO DE MADURACION DE LA UVA  
OBJETIVO  
ASISTENCIA AL SECTOR  
SEMANALMENTE SE NOTIFICA DE LA EVOLUCION DE LA VIÑA  
EN LAS DIFERENTES ZONAS DE LA RIOJA
2. CONTROL ANALITICO DE LOS VINOS DEL AÑO  
OBJETIVO  
CALIFICACION DE LOS VINOS DEL AÑO Y DE LA  
AÑADA
3. CONTROL ANALITICO DE LOS VINOS EMBOTELLADOS  
OBJETIVO  
CONTROLAR EL PRODUCTO TERMINADO





Oficio – Circular nº 6/01

Asunto:

Acuerdos adoptados para la mejora de la calidad

\*Los vinos tintos responderán, según los acuerdos adoptados, a los mínimos que para los diferentes parámetros a continuación se detallan:

- **Graduación alcohólica mínima: 11'5°**
- **Intensidad colorante mínima (A420 + A520 + A620): 3'5**, para el caso de que la fermentación maloláctica esté realizada (máximo 0,5 gr./l de ácido málico).
- **Intensidad colorante mínima (A420 + A520 + A620): 4**, para el caso de que la fermentación maloláctica no esté realizada.
- **Índice de Polifenoles Totales mínimo: 30.**

Lo que ponemos en su conocimiento a los efectos oportunos

Logroño, a 20 de Mayo de 2001

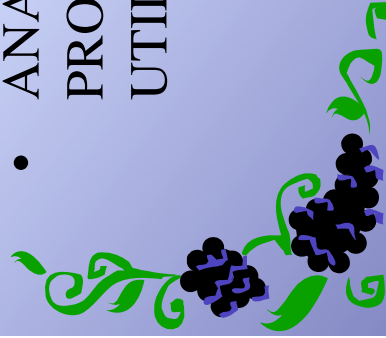
El Presidente

Ángel de Irujo

# BODEGAS



- ANALISIS EXPORTACION  
AYUDA EN LA PROBLEMÁTICA DE LOS CONTROLES SOLICITADOS BIEN POR LOS IMPORTADORES O POR LOS PAISES A LOS CUALES SE EXPORTA
- ANALISIS Y ASISTENCIA EN LA INCIDENCIA ANALITICA DE INCORPORACIONES DE NUEVA TECNOLOGIA EN BODEGA
- ANALISIS PETICIONES DIVERSAS DESDE LA UVA HASTA EL PRODUCTO TERMINADO Y MATERIAS AUXILIARES UTILIZADAS EN EL PROCESO



# COSECHEROS

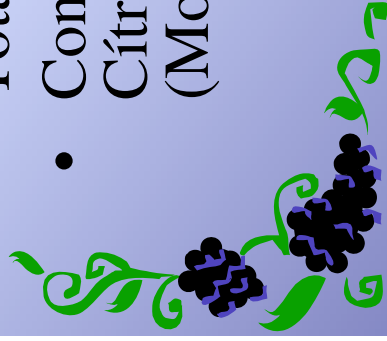
- ANALISIS DESDE LA UVA AL PRODUCTO TERMINADO
- ASISTENCIA TECNICA EN CUANTO A CONSULTAS DERIVADAS DE CUALQUIER PROBLEMÁTICA SURGIDA EN LA VIDA DEL VINO



# CARTA DE SERVICIOS DE LABORATORIOS

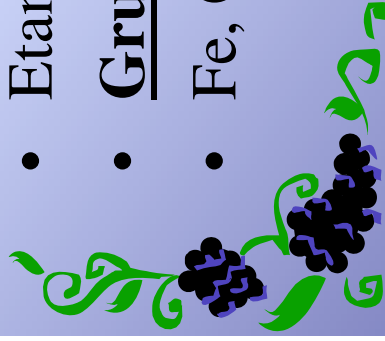
## DE CONTROL

- **Grupo de análisis rutinarias para cosecheros**
- Grado alcohólico - Masa Volumica - Extracto seco
- Ac. Volatil, Ac. Total, pH, Azucares reductores, So2 Libre, So2 Total
- Ac. Málico
- **Grupo de análisis para exportación**
- Grado alcohólico- Masa Volumica- Extracto seco
- Ac. Volatil, Ac. Total, pH, Azucares reductores, So2 Libre, So2 Total,
- Contrapruebas de ferrocianuro, Materia Colorante, Ac. Cítrico, Híbridos, Metanol, Fluoruros, anti fermentos (Monocloronitrometano)



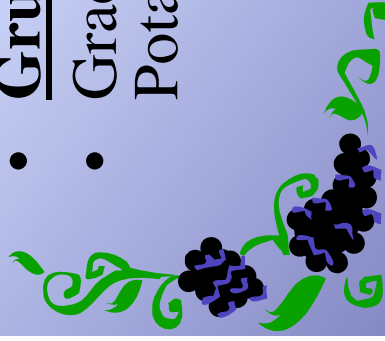
# CARTA DE SERVICIOS DE LABORATORIOS DE CONTROL

- Grupo de análisis de color para uvas y vinos
- Intensidad de color, Tonalidad, Índice de polifenoles, Antocianos, Parámetros Cielab
- Grupo de análisis ácidos orgánicos
- Láctico, Tartárico, Málico, Cítrico, Succínico
- Grupo de análisis de Componentes Volátiles
- Mayoritarios
- Etanal, Acetato de Etilo, Metanol, Alcoholes Superiores
- Grupo de trabajo de análisis de cationes
- Fe, Cu, Ca, K, Na, Mg, Zn, Pb, Cd, As, .....



# CARTA DE SERVICIOS DE LABORATORIOS DE CONTROL

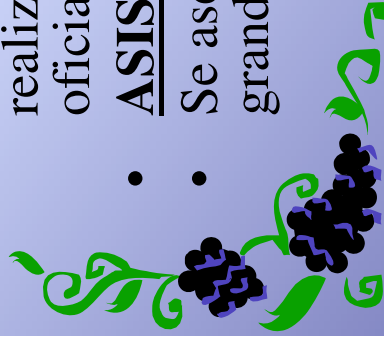
- Grupo de análisis de Conservantes
- Benzoico, Sórbico, Salicílico
- Grupo de análisis de Aminas
- Histamina,.....
- Grupo de análisis de Pesticidas Clorados en uvas y vinos
- Análisis de Glicerol
- Análisis de Sulfatos
- Análisis de Cloruros
- Grupo de análisis de uvas
- Grado probable, Ac. Total, pH, Tartárico, Málico, Color, Potasio, Ac. Gluconico, Residuos de pesticidas,.....



# CARTA DE SERVICIOS DE LABORATORIOS

## DE CONTROL

- Grupo de análisis de vinagres
- Acidez acética, Ex. Seco, .....
- Grupo de Bebidas Espirituosas
- Grupo de análisis de microbiología del vino
- Parámetros necesarios para control de buenas practicas de elaboración de vinos así como los necesarios para la exportación
- .....
- .....
- Etc.
- ANALISIS SENSORIAL
- Entre los técnicos del laboratorio deberá de crearse un gabinete de cata para realizar las catas de los vinos de control. Serán los que asistan a las catas oficiales de las D.O., entre otras.
- ASISTENCIA TECNICA
- Se asesorara técnicamente tanto a los pequeños vitivinicultores como a los grandes (Tratamientos enológicos,.....)

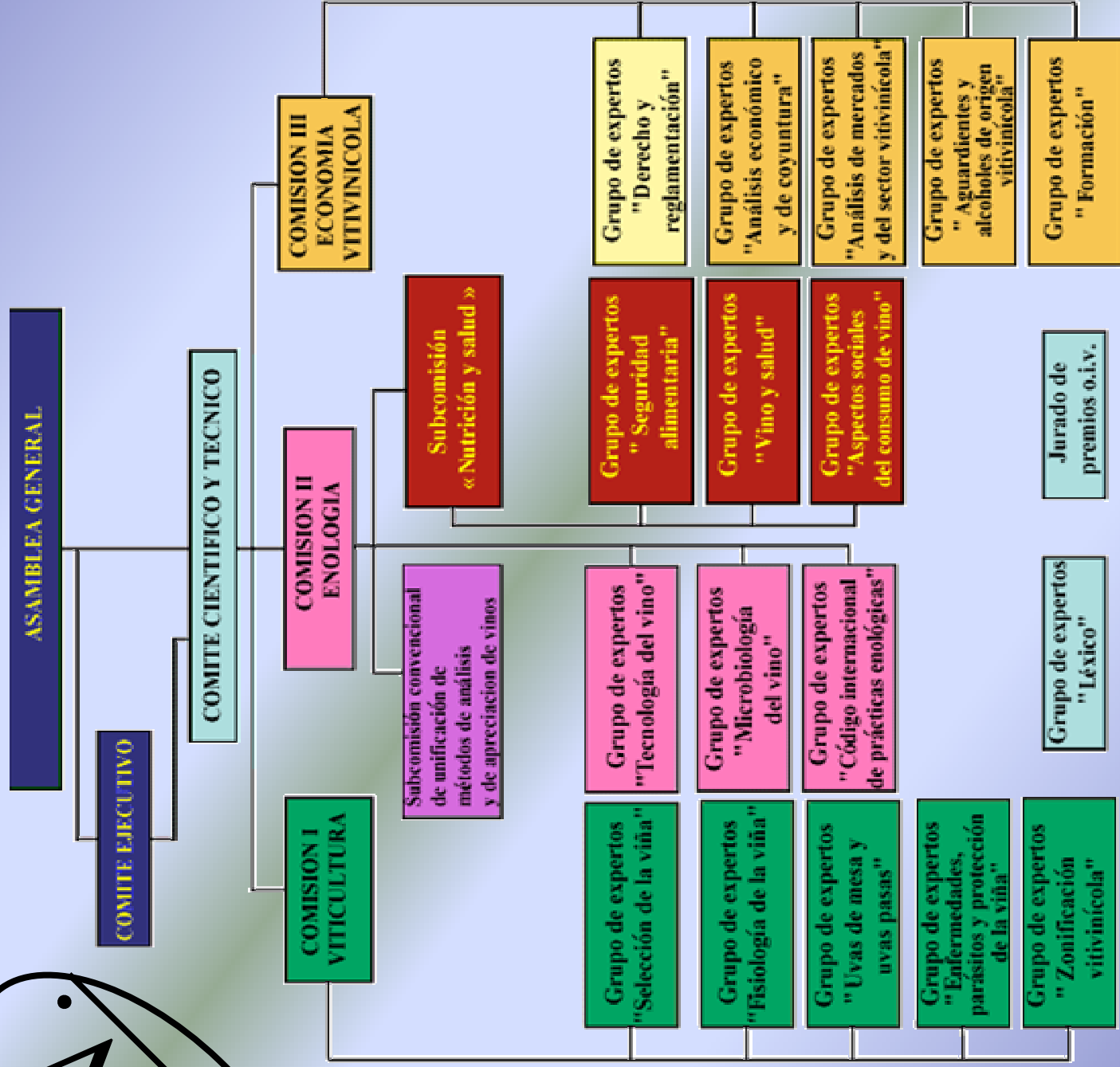
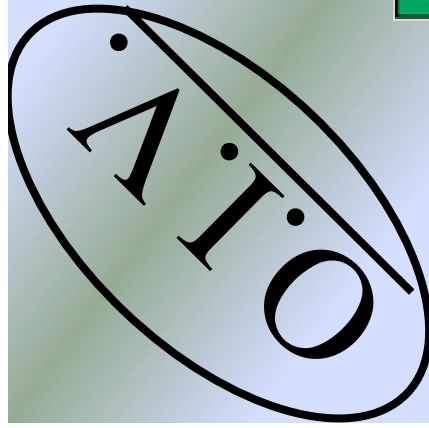




# MÉTODOS OFICIALES

- **Métodos de análisis**  
Reglamento (CEE) n° 2676/90 de la Comisión, de 17 de septiembre de 1990, por el que se determinan los métodos de análisis comunitarios aplicables en el sector del vino  
*Publicación D.O. L272 de 3.10.1990*  
*Reglamento cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 761/1999 de la Comisión de 12.4.1999*





# MÉTODOS OFICIALES

Considerando que, a fin de tener en cuenta el progreso científico, por un lado, y el material técnico de los laboratorios oficiales, por otro, y para que el trabajo de estos laboratorios resulte más eficaz y rentable, procede permitir la aplicación de métodos de análisis automatizados en determinadas condiciones; que es importante precisar que en caso de litigio los métodos automatizados no podrán reemplazar a los de referencia ni a los usuales;



## Artículo 2

Para la aplicación del presente Reglamento:

La repetibilidad representa el valor por debajo del cual está situado, con una probabilidad especificada (95%), el valor absoluto de la diferencia de dos resultados individuales obtenidos a partir de medidas efectuadas en las mismas condiciones (mismo operador, mismo aparato, mismo laboratorio y un corto intervalo de tiempo).

La Reproducibilidad representa el valor por debajo del cual está situado, con una probabilidad especificada (95%), el valor absoluto de la diferencia de dos resultados individuales obtenidos a partir de medidas efectuadas en condiciones diferentes( operadores diferentes, aparatos diferentes y/o laboratorios diferentes, y/o épocas diferentes)

## Artículo 3

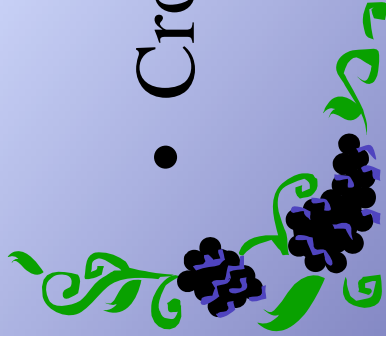
Se admitirán métodos de análisis automatizados, bajo la responsabilidad del director del laboratorio, a condición de que la exactitud, la repetibilidad y la Reproducibilidad de los resultados sean por lo menos equivalentes a las obtenidos mediante los métodos de análisis que figuran en el Anexo.

Asimismo establece que cuando no exista método de análisis comunitario, será aplicable:

1. Los métodos de análisis reconocidos por la OIV
2. A falta de método de análisis de la OIV, un métodos de análisis conforme a las normas recomendadas por ISO, EN,...
3. A falta de métodos de OIV y de ISO, EN,...., y en razón de exactitud, de su repetibilidad y de su Reproducibilidad:
  - Un método de análisis admitido por el Estado miembro en cuestión
  - En caso de necesidad, cualquier otro método de análisis

# Técnicas Instrumentales mas usuales

- Autoanalizadores Automáticos
- Absorción Atómica
- Cromatografía de Gases
- Cromatografía Líquida



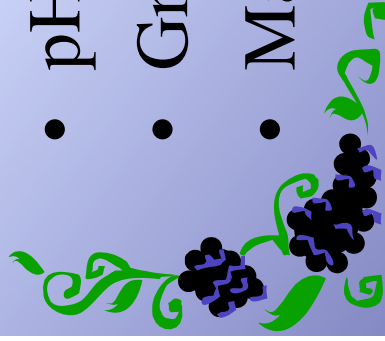
# Autoanalizadores Automáticos

## Aplicación en vinos

- Acidez Volátil
- Azúcares reductores  
(Glucosa Fructosa)
- Sulfuroso Libre y  
Total
- Ácido L-Málico
- Ácido Cítrico
- pH y Acidez Total
- Grado Alcohólico
- Masa Volumica

## Aplicación en uvas

- Grado Probable
- Ácido Málico
- Ácido Tartárico
- pH y Acidez Total







# Autoanalizadores Automáticos



Densimetría Digital



Grado Alcohólico por Infrarrojo



Potenciometría Automática  
pH y Acidez total



# MÉTODOS OFICIALES DE ESTOS PARÁMETROS

- Destilaciones y  • Refractometría 

Valoraciones

- Aerometría  • Enzimáticos 

- Potenciometría  • Espectrofotométricos 



# Destilaciones y Valoraciones

## Acidez Volátil

Valoración de los ácidos volátiles, ácidos grasos de la serie acética del vino

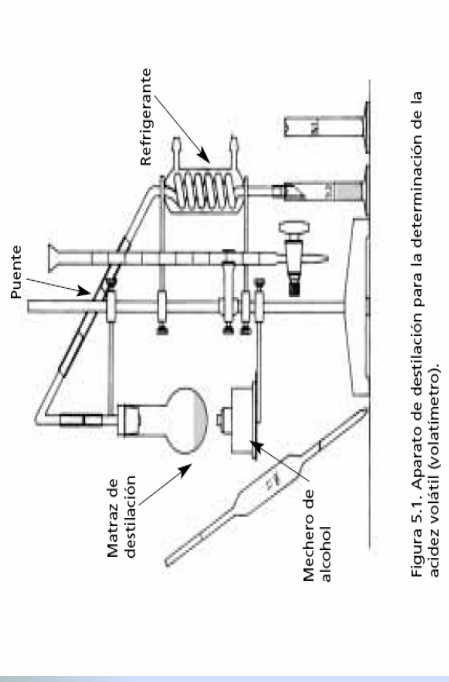
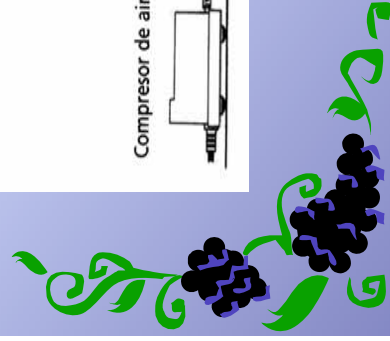
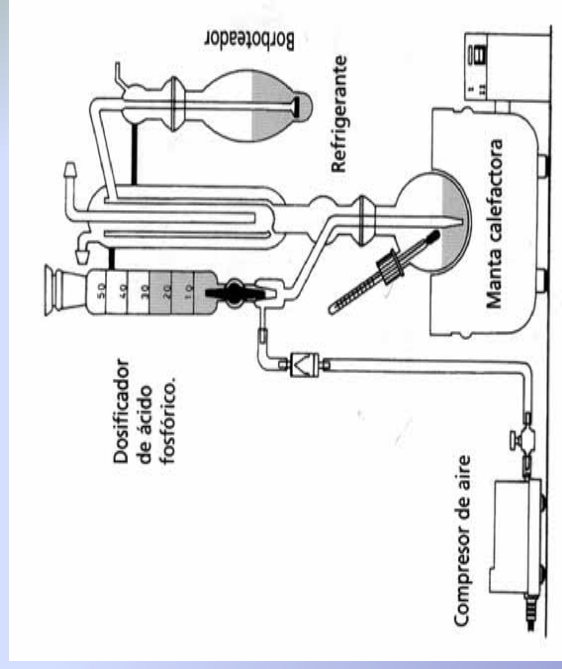


Figura 5.1. Aparato de destilación para la determinación de la acidez volátil (volatímetro).



## Sulfuroso Libre y Total

Conjunto de las distintas formas del sulfuroso presentes en el vino en estado libre o combinado



# Aerometría

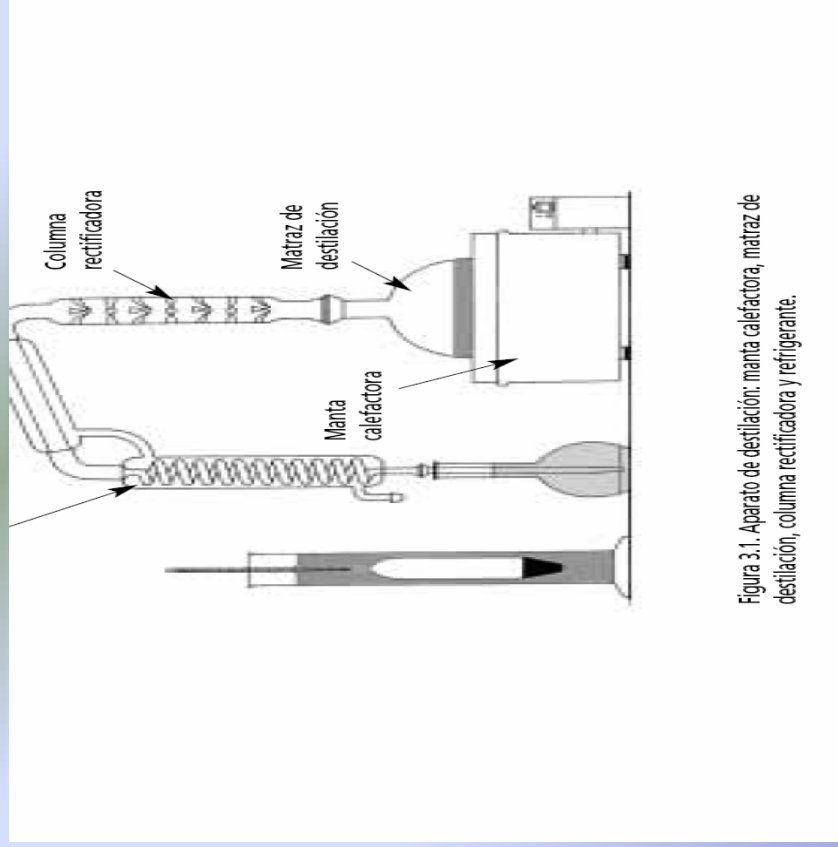


Figura 3.1. Aparato de destilación: manta calefactora, matraz de destilación, columna rectificadora y refrigerante.

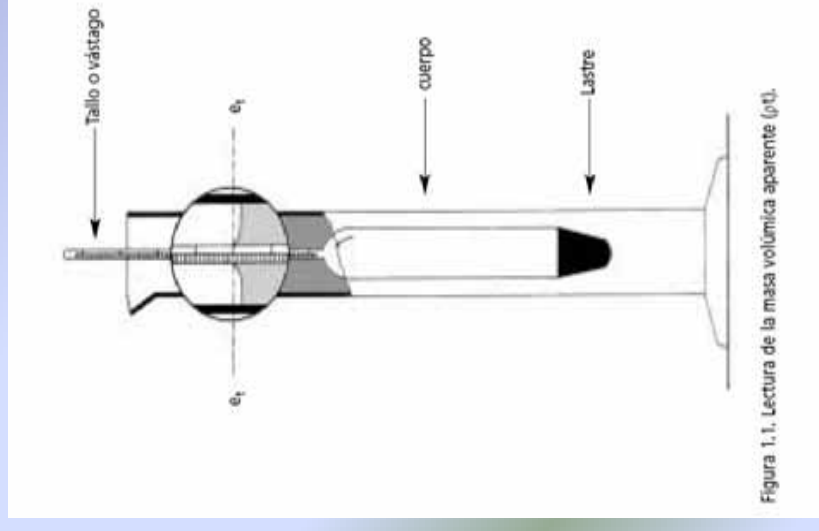
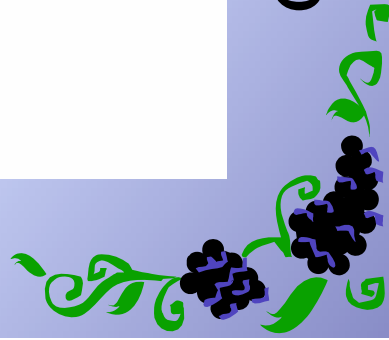


Figura 1.1. Lectura de la masa volumétrica aparente (pH).

Grado Alcohólico

Masa Volumica



# Potenciometria



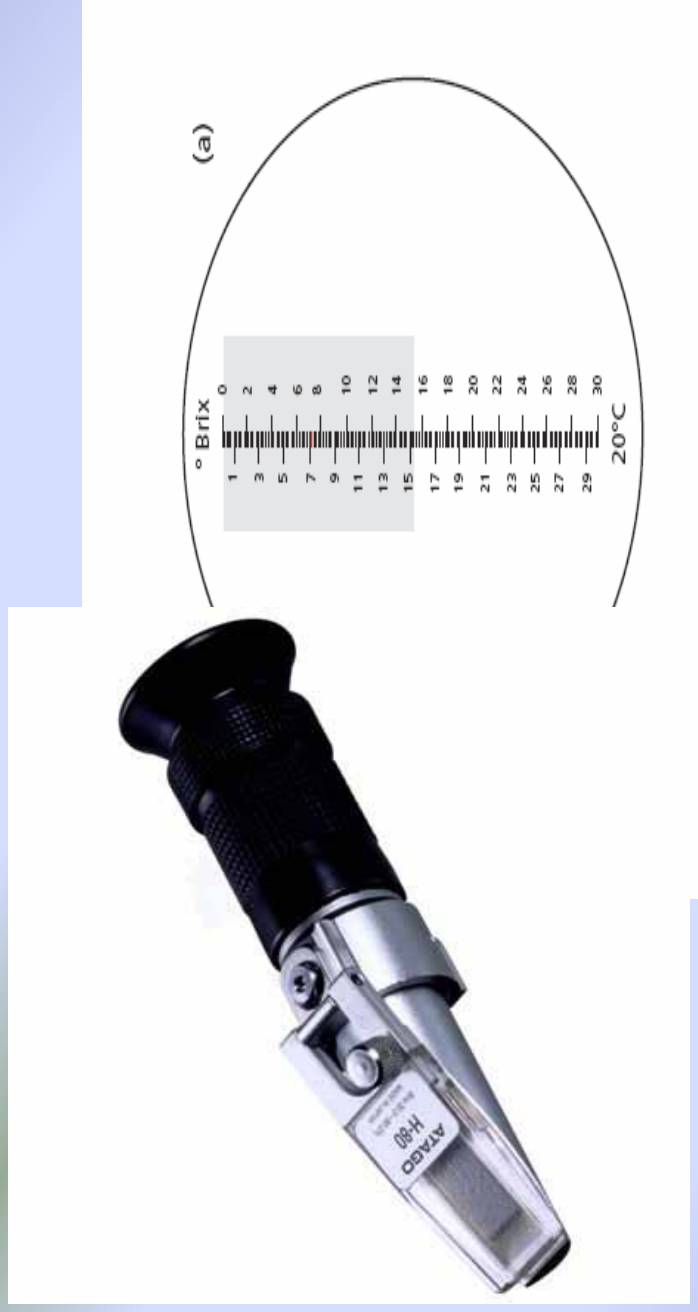
Acidez Total



pH



# Refractrometria

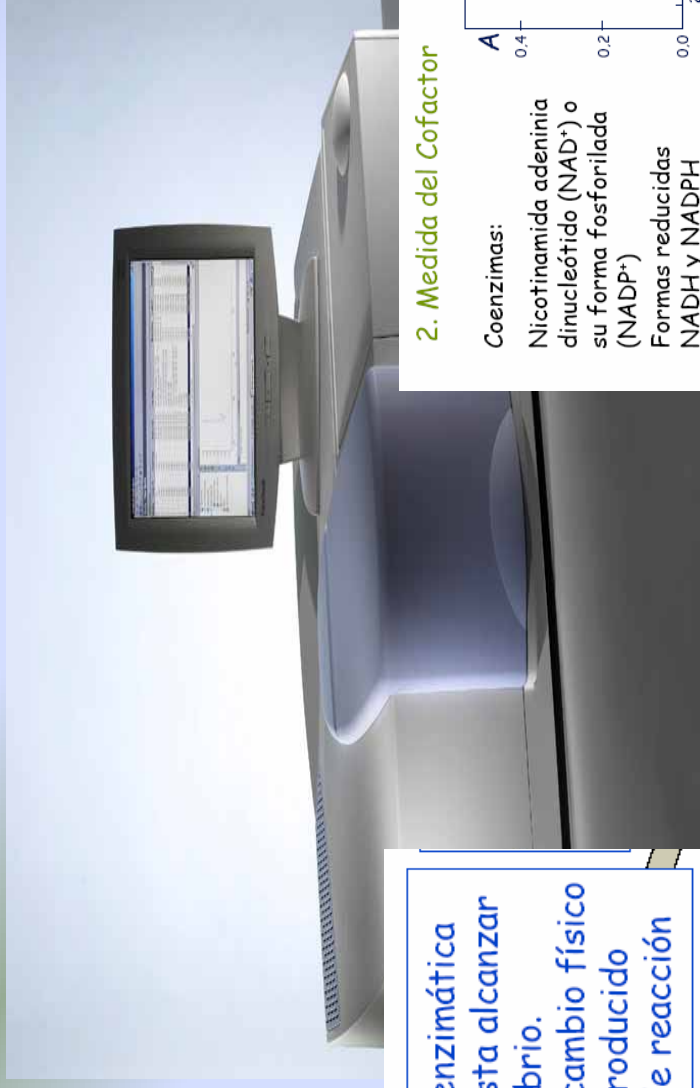


Grado Probable



# Enzimáticos

## Espectrofotometría



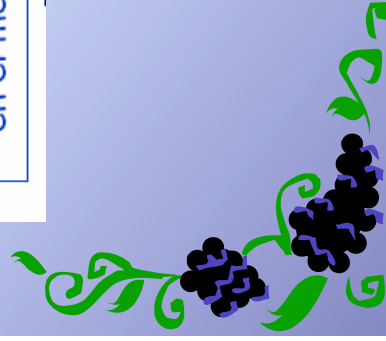
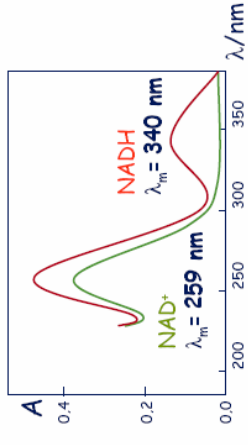
La reacción enzimática transcurre hasta alcanzar el equilibrio. Se mide algún cambio físico o químico producido en el medio de reacción

### 2. Medida del Cofactor

Coenzimas:

Nicotinamida adenina dinucleótido (NAD<sup>+</sup>) o su forma fosforilada (NADP<sup>+</sup>)

Formas reducidas NADH y NADPH



L-Málico, Cítrico, L-Láctico



# Espectrofotometría

## Aplicación en uvas y vinos

- **Ácido Tartárico (M.O)** • **Intensidad de color (M.O)**
- **Ácido Sórbico (M.O)** • **Índice de polifenoles**
- **Glicerol (M.O)** • **Antocianos**
- **Etanal (M.O)** • **Parámetros CIELab**
- **Bromo Orgánico (M.O)**
- **Ácido Benzoico (M.O)**
- **Hierro (M.O)**
- **Cobre (M.O)**





# Extracción del color en uvas



## Parámetros CIELab



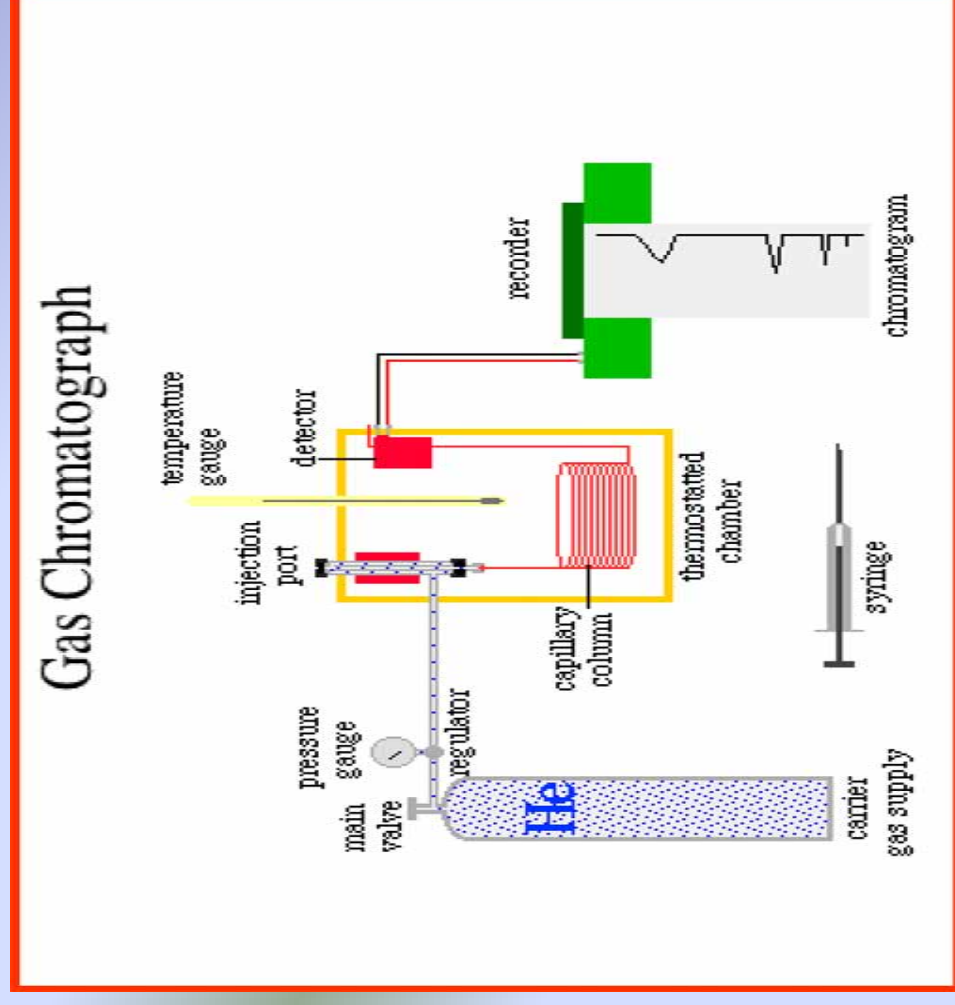
Método OIV)



# Cromatografía de Gases

- En el campo de la Enología es una técnica insustituible, por ahora, para el estudio y conocimiento de la fracción volátil del vino
- Es una técnica con grandes ventajas en lo que respecta a los compuestos volátiles por su versatilidad, velocidad, seguridad y sencillez en su

manejo



# Cromatografía de Gases

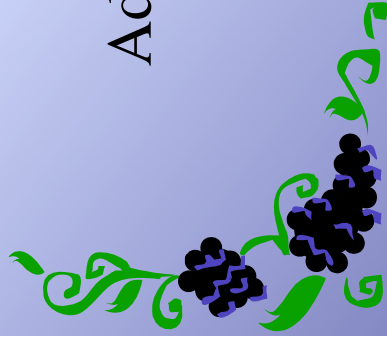
## Aplicación en vinos

Componentes Volátiles Mayoritarios  
(C.V.M.)

- Etanal
- Acetato Etilo
- Metanol (M.O)
- 2-Butanol
- 1-Propanol
- Isobutanol
- Alcoholes Amilicos

Adiciones Fraudulentas

- Cloropicrina
- D.E.G. y E.G
- D.Halogenados



## Tratamientos en viña o en fermentación

---

- Carbamato de etilo
- Residuos de pesticidas
- Dicarbonato de dimetilo

## Anomalías Olores y sabores

---

- Clorofenoles y anisoles 
- 4-etilfenol y 4-etilguayacol
- Estireno

## Apoyo a la degustación

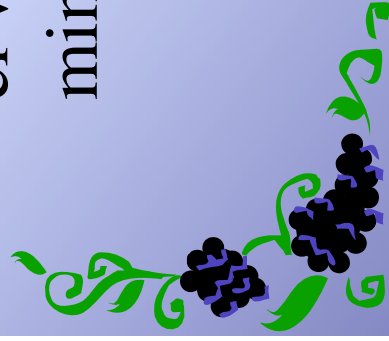
---

- Alcoholes
- Esteres
- Ácidos
- Terpenoles



# Absorción Atómica

- Técnica de gran seguridad. Preparación de muestra muy sencilla al igual que su manejo
- Interés por conocer en el vino los elementos minerales



# A.A de llama

(sensibilidad del orden del mg/l)

Interés por quiebra

- Hierro (M.O)
- Cobre (M.O)

Estabilización

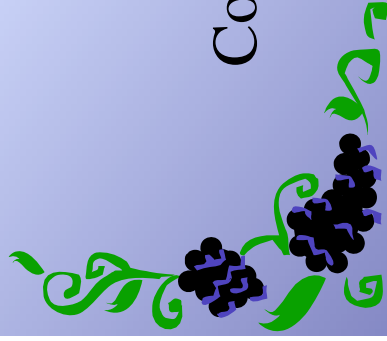
- Potasio (M.O)
- Calcio (M.O)

Tratamientos

- Sodio  
(Sodio excedentario)
- Bentonita
- Resina

Contaminantes

- Arsénico



# A.A cámara de grafito

(sensibilidad del orden del ppb)

- Plomo (M.O)
- Cadmio
- Cromo
- Níquel



Introduction to Graphite Furnace Atomic Absorption

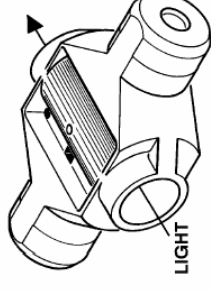


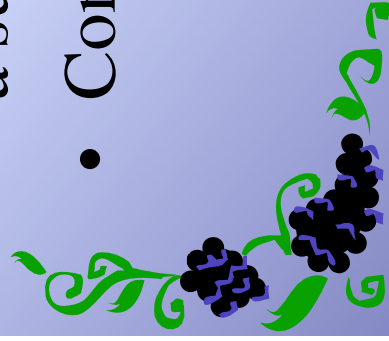
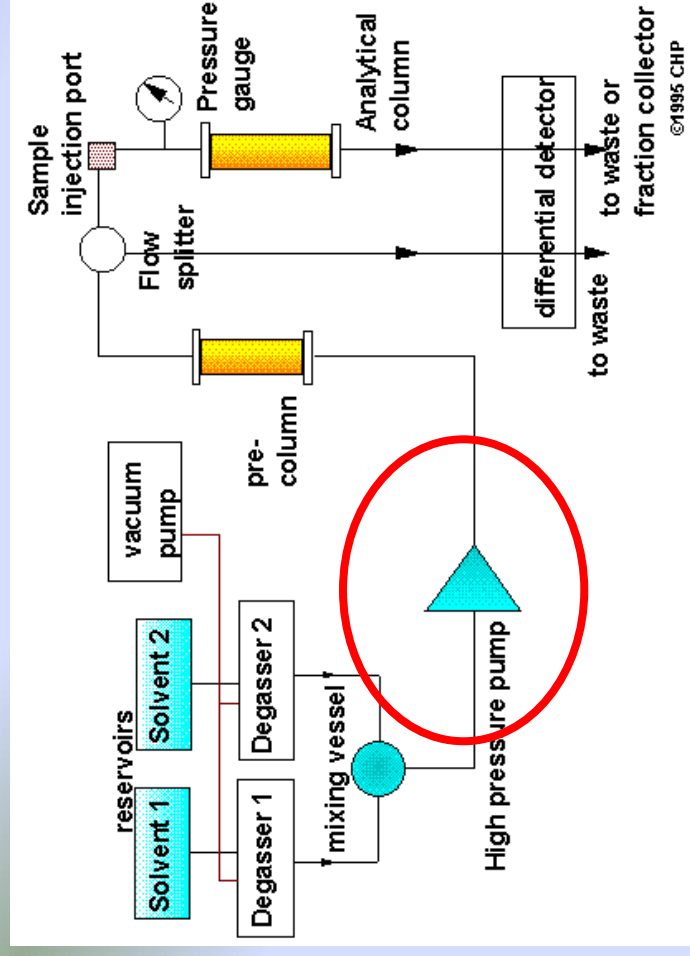
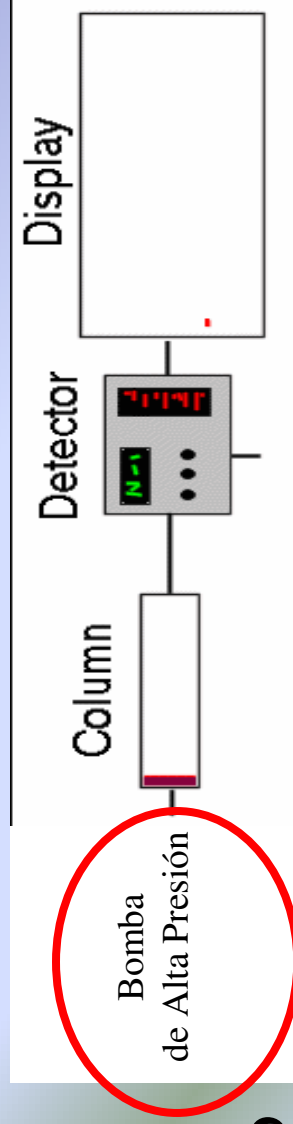
Figure 5-2. A graphite tube for a transversely-heated furnace.



# Cromatografía Líquida

## H.P.L.C.

- Técnica para compuestos que tienen un elevado punto de ebullición.
- Nos permite gran versatilidad gracias a sus detectores
- Complemento a C.G.





# Cromatografía Líquida

## H.P.L.C.

Uvas

- Aminoácidos - Origen
- Tartárico
- Málico
- C.Fenólicos - Origen
- Azucares

Vinos

- Aminoácidos
- Aminas biogenas (histamina, putrescina,...)
- Ácidos Orgánicos mayoritarios
- Conservantes



# Cromatografía Líquida

## H.P.L.C.

Vinos

- Ascórbico
- Edulcorantes
- Compuestos polifenólicos
- Colorantes
- Azúcares
- Glicerol
- Aldehidos Fenólicos
- Escopoletina
- Ocratoxina



# Equipamiento mínimo

## Laboratorio Bodega

- Montaje de Grado Alcohólico
- “ de Sulfuroso
- “ de Ac. Volatil
- Valoraciones
- pHmetro
- Juego de Alcohómetros, Areómetros - Masa volumica
- Espectrofotómetro
- Material de vidrio
- Papel Watman



# Controlar los resultados

