

Desenvolupament d'un mètode analític per a la determinació d'àcids orgànics en mostres de vins i escumosos mitjançant cromatografia de líquids d'alta eficàcia (HPLC) amb detecció UV-Vis. Aplicació d'anàlisi estadístic multivariant

1. Introducció i objectius

El vi sempre ha estat molt ben acceptat per la societat per les seves característiques organolèptiques. Els àcids orgànics de baix pes molecular en són uns components claus per la seva qualitat, ja que són indicadors d'estabilitat, vinificació i/o estat de conservació. Alguns provenen del gra de raïm, mentre que d'altres dels diferents processos d'elaboració del vi.

Els objectius principals d'aquest projecte són:

- Optimització d'un mètode analític selectiu, ràpid, robust i assequible.
- Aplicació d'anàlisi per components principals (PCA) i diagrames de caixa per a determinar els àcids orgànics característics de cada cupatge en mostres de vins i caves.

2. Analits i mostres

8 àcids orgànics principals

Àcid tartàric Àcid cítric
Àcid màlic Àcid làctic
Àcid acètic Àcid glucònic
Àcid succínic Àcid fumàric

175 mostres distribuïdes en 2 grups de vins i caves

Grup monovarietals: 73 mostres amb 100% de varietats:

- Xarel·lo, Macabeu i Parellada
- Chardonnay
- Pinot Noir
- Blanc de noirs amb i sense fermentació malolàctica

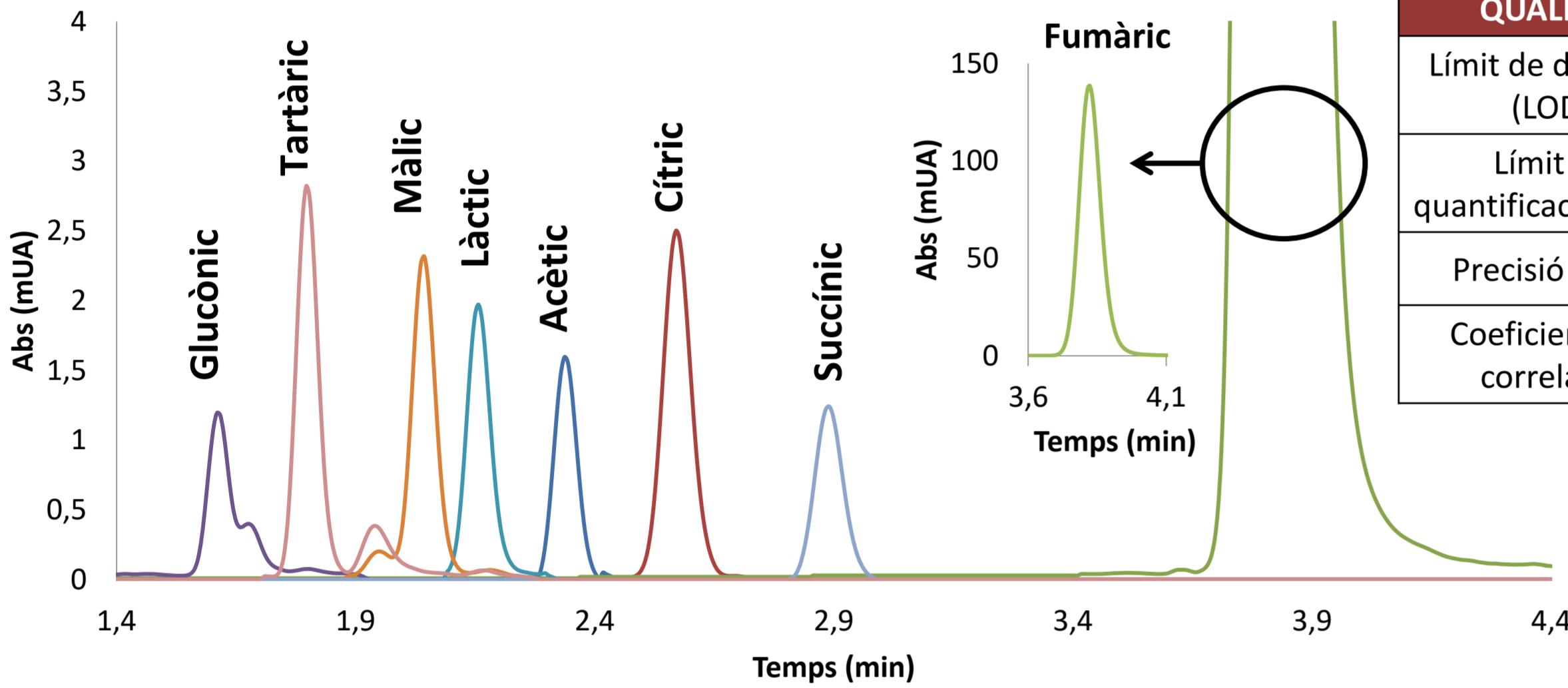
Grup mesclades de varietats: 102 mostres amb diferents % de monovarietats.

3. Instrumentació

- Instrument HPLC: Agilent 1100 Series
- Detector: UV-Vis (210 nm)
- Columna analítica: C₁₈ Zorbax SB-Aq de fase inversa (4.6 x 150 mm ID, 5µm mida partícula)
- Fase mòbil: H₃PO₄ pH 2,0 /ACN = 95/5 (v/v)
- Cabal: 1 mL/min
- Volum d'injecció: 10 µL
- Temps per mostra: 12 minuts
- Temperatura: Ambient

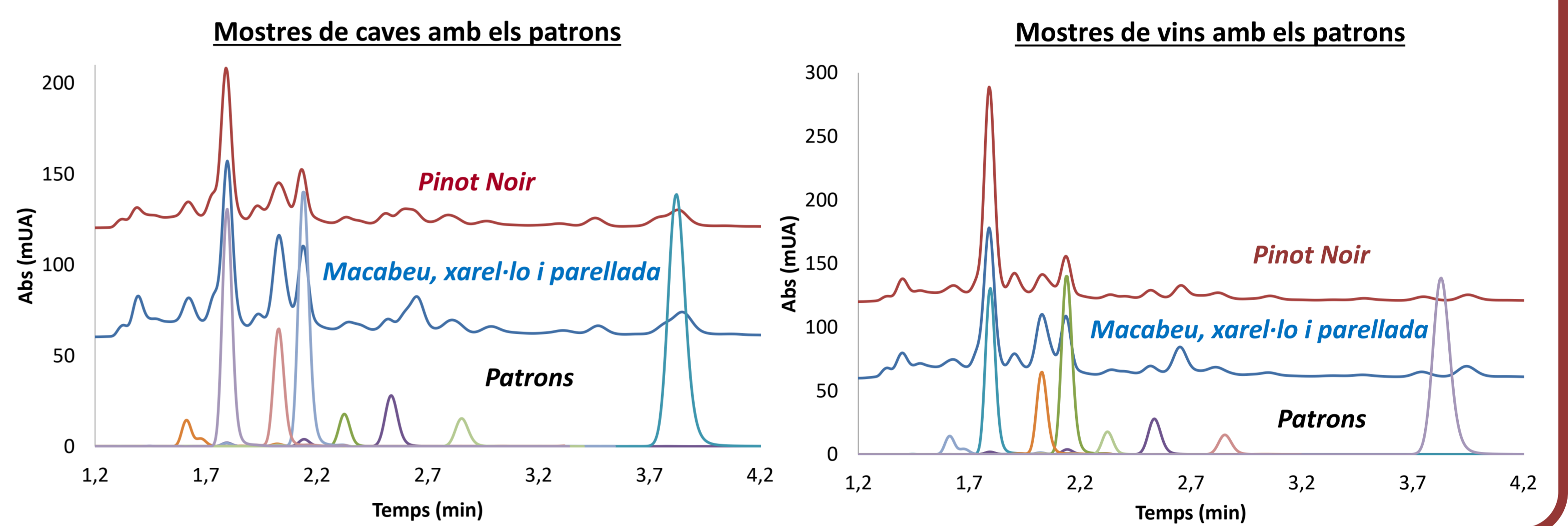
4. Mètode analític i validació

Separació dels àcids orgànics d'estudi



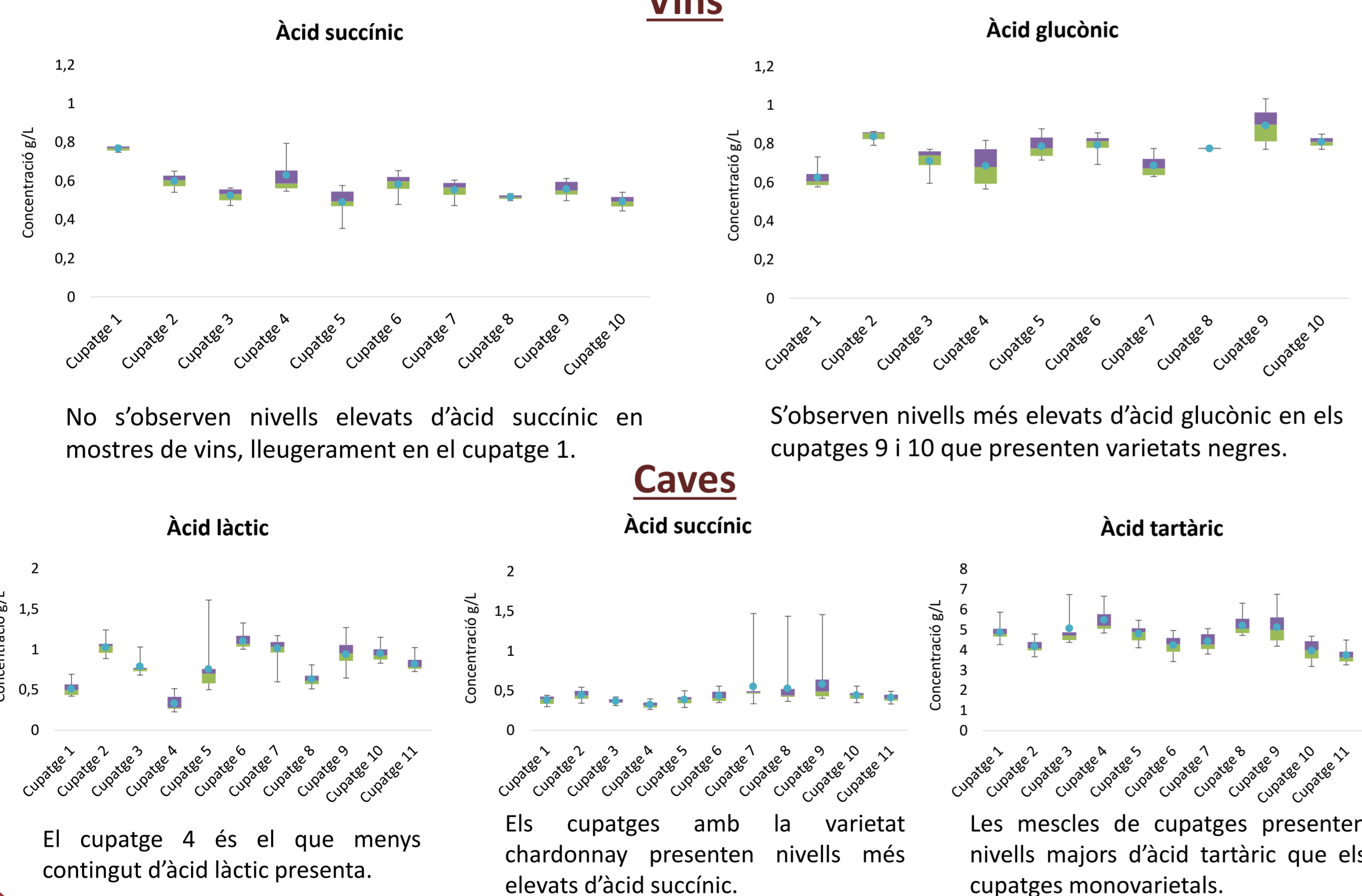
PARÀMETRE DE QUALITAT	VALOR
Límit de detecció (LOD)	1-5 mg/L
Límit de quantificació (LOQ)	3-15 mg/L
Precisió (RSD)	5.14-13.86 %
Coefficients de correlació	0.9926-0.9993

Comparativa de mostres i patrons

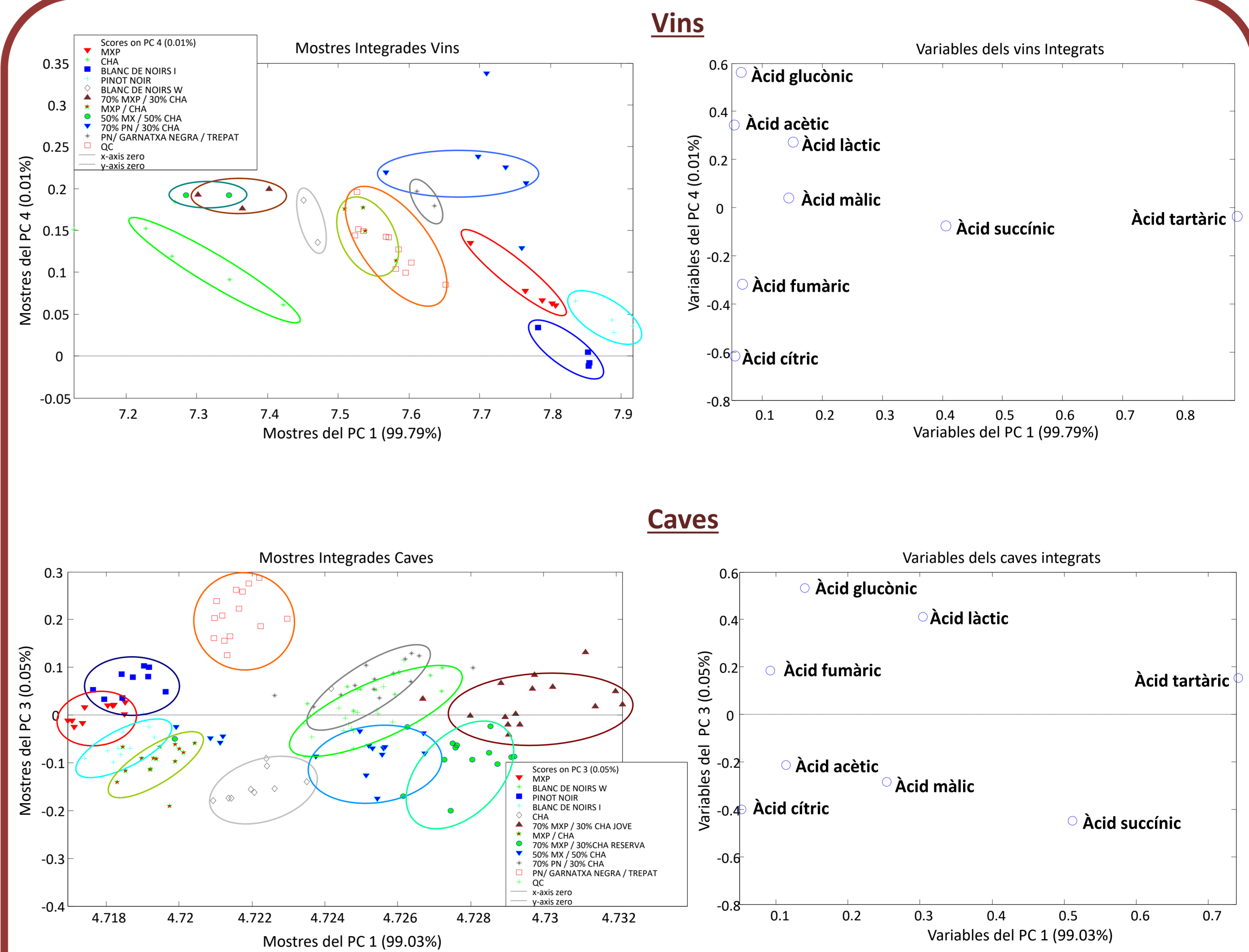


5. Diagrames de caixa

MOSTRES	COMPOSICIÓ
Cupatge 1	100% Macabeu, Xarel·lo, Parellada (MXP) amb FML
Cupatge 2	100% Blanc de noirs amb fermentació malolàctica (FML)
Cupatge 3	100% Pinot Noir (PN) amb FML
Cupatge 4	100% Blanc de noirs sense fermentació malolàctica
Cupatge 5	100% Chardonnay (CHA) amb FML
Cupatge 6	70% MXP / 30% CHA de criança jove (9-15 mesos) amb FML
Cupatge 7	MXP / CHA (proporció gairebé negligible) amb FML
Cupatge 8 (no en vins)	70% MXP / 30% CHA de criança reserva (15-30 mesos) amb FML
Cupatge 9	50% MX / 50% CHA amb FML
Cupatge 10	70% PN / 30% CHA amb FML
Cupatge 11	PN/ Garnatxa negra / Trepant amb FML



6. Anàlisi per PCA



7. Conclusions

El mètode analític optimitzat ha permès la separació, identificació i quantificació dels àcids orgànics majoritaris presents en mostres de vins i escumosos comercials. Els paràmetres de qualitat confirmen que és un mètode selectiu, ràpid, robust i assequible respecte els ja existents.

L'anàlisi multivariant per components principals (PCA) ha aconseguit agrupar satisfactòriament les mostres de vins i escumosos segons les diferents varietats de raïms en funció del contingut d'àcid.

En les mostres de vins s'observa que:

- Els àcids màlic i làctic no presenten nivells alts ni baixos en les mostres ja que encara no han fet la fermentació malolàctica.
- L'àcid succínic no presenta nivells elevats excepte en el cupatge 1, degut a un augment durant la fermentació alcohòlica.
- L'àcid glucònic es troba en majors concentracions en varietats de raïm negre, a causa de que aquestes es veremen més tard.

En les mostres de cava s'observa que:

- L'àcid làctic es troba en menor concentració en el cupatge 4 ja que no ha fet la fermentació malolàctica.
- L'àcid succínic presenta nivells majors en cupatges amb varietat chardonnay, per tant, aquest es genera durant els diferents processos d'elaboració del vi.
- L'àcid tartàric es troba a majors nivells en els cupatges de mesclades amb diferents monovarietats i diferents graus alcohòlics. Aquest fet, es degut a una major inestabilitat generada per la precipitació de l'àcid en forma de cristalls com a conseqüència de l'acció insolubilitzant conjunta de l'alcohol amb el fred.

8. Referències

1. Cacho, J. HPLC-DAD methodology for the quantification of organic acids, furans and polyphenols by direct injection of wine samples. 1204-1215 (2010).
2. Park, J., Shin, J., Lee, J. H. & Lee, K. Development of a quantitative method for organic acid in wine and beer using high performance liquid chromatography. 26, 349-355 (2017).

9. Agraïments

Agraïxo a l'empresa que m'ha proporcionat les mostres de vins i escumosos comercials i al meu grup de recerca Equilibris en solució i quimiometria per la gran oportunitat que m'han donat per realitzar aquest projecte de màster.