

LA DESTILACION A PRESION REDUCIDA COMO METODO DE SEPARACION DE COMPONENTES AROMATICOS MAYORITARIOS DE MOSTOS Y VINOS

M. R. Salinas Fernández y
G. L. Alonso Díaz-Marta

María Rosario Salinas Fernández es profesora titular del Area de Edafología y Química Agrícola de la Escuela Universitaria Politécnica de Albacete. Universidad de Castilla-La Mancha.

RESUMEN

En el presente trabajo, se ha puesto a punto una técnica mediante destilación a presión reducida para separar en muestras de vinos tintos y mostos en fermentación los volátiles mayoritarios, entendiéndose por tales, aquéllos que se encuentran como mínimo en unas concentraciones comprendidas entre 0'5 y 5 mg/l.

INTRODUCCION

Los componentes aromáticos de los vinos no son exclusivamente el producto de la fermentación del mosto de uva, sino que son el resultado final de una larga secuencia biológica, bioquímica y tecnológica que tiene lugar en el propio grano de uva, a lo largo de la fermentación y durante el proceso de envejecimiento del vino.

A los compuestos aromáticos se les denomina también volátiles, y por ahora la técnica más adecuada para su determinación es la cromatografía de gases. Para analizar los volátiles es conveniente dividirlos en dos grupos, en función de la concentración en que se encuentran: los volátiles mayoritarios, cuyas concentraciones mínimas están comprendidas entre 0'5 y 5 mg/l., y los minoritarios, de concentraciones inferiores.

Los componentes mayoritarios de los vinos blancos pueden determinarse por inyección directa de las muestras en la columna del

cromatógrafo. En el caso de los vinos tintos, la abundante presencia de materia colorante puede crear problemas en la columna como consecuencia del depósito de materia colorante en su fase estacionaria. Por ello, aunque en varios trabajos sobre vinos tintos se hace la determinación de aromas por inyección directa, nosotros consideramos que es necesario recurrir a una preparación previa de la muestra, con el fin de evitarnos los inconvenientes antes mencionados.

Cuando lo que se pretende es determinar la composición aromática de mostos, será necesario separar los aromas, ya que de lo contrario los azúcares y materias en suspensión que poseen se carbonizarán en el inyector.

Son varios los trabajos que hacen referencia a la extracción de volátiles de vinos tintos, sin hacer mención especial a la diferencia entre los mayoritarios y los minoritarios. Sus autores realizan una extracción de todos ellos y utilizan una única columna cromatográfica para determinarlos. Entre estos trabajos podemos citar a P. Dubois et al. (1977), que extrae con cloruro de metileno e identifican un reducido número de componentes; J. Marais et al. (1979), que extraen con Freon 11 cierto número de componentes, que en su mayor parte son aromas minoritarios; y V. Ducruet (1984), que determina un gran número de componentes en vinos elaborados con vinificación carbónica y por vinificación Merlot, extrayéndolos con Freon 11, un número muy reducido de ellos son mayoritarios.

La extracción de volátiles de los mostos en fermentación no está muy tratada en la bibliografía, y por ello sólo podemos citar el trabajo de J. L. Mesías (1981), el cual utiliza para extraer la mayor parte de los aromas de la muestra, una destilación a vacío previo arrastre con nitrógeno y posterior desmixtura.

El presente trabajo es el resultado de la puesta a punto de una destilación a presión reducida, con el fin de separar los componentes mayoritarios de muestras de mostos y vinos tintos. Para ello, ya que es posible determinar por inyección directa los volátiles mayoritarios de vinos blancos, hemos usado como referencia la composición aromática de dicho vino frente a su extracto obtenido por la técnica citada.

MATERIALES Y METODOS

Se usó un vino blanco de la Denominación de Origen La Mancha. A 100 cm.³ del mismo se le adicionaron 5 μ l. de 3-pentanol, compuesto usado como patrón interno. Inyectamos 2 μ l. en un cromatógrafo Perkin Elmer Modelo 8310 provisto de un detector de ionización de llama. La columna utilizada fue una microrrellena de 6 m. de longitud con fase estacionaria compuesta por un 92% de Carbowax

300 y un 8% de bis-2-etilhexilsebacato, impregnada a un 4% sobre un soporte de Volapher A-2. Las condiciones cromatográficas fueron las siguientes:

- Gas portador: Nitrógeno.
- Presión del gas portador: 500 KPa.
- Programa de temperatura: Temperatura inicial 45° C, rampa de 1.° C/minuto hasta 75° C; 20 minutos a 75° C.
- Temperatura del inyector: 170° C.
- Temperatura del detector: 170° C.

Para realizar el extracto del vino partimos de 250 cm.³ del mismo, y lo pusimos en un matraz unido a un rotavapor sumergido en un baño a 40° C y se conectó a una bomba que realizaba un vacío de 0.1 atm. Para recoger los aromas se destiló hasta sequedad, intercambiando entre el rotavapor y la bomba tres trampas de gases: la primera contenía hielo y agua a 0° C, la segunda y la tercera una mezcla frigorífica de nieve carbónica y acetona a -80° C. En la Figura 1 hemos realizado un esquema del montaje.

A 100 cm.³ del extracto se le adicionaron 5 μ l. de 3-pentanol. Se tomaron 2 μ l. en una microjeringa y se inyectaron en la columna del cromatógrafo.

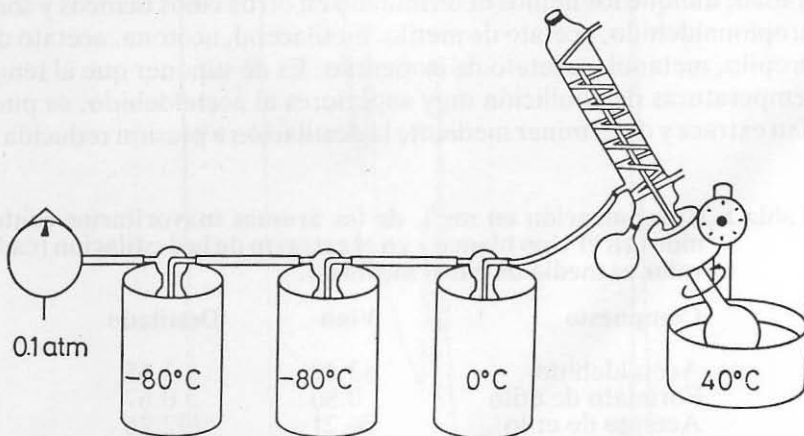


Figura 1: Esquema que representa el rotavapor conectado a las trampas para recoger el destilado y en serie la bomba de vacío.

RESULTADOS Y DISCUSION

Se realizaron cinco cromatogramas del vino con el fin de obtener el valor medio de cada uno de los volátiles. En la Figura 2 podemos observar uno de estos cromatogramas. También se hicieron cinco destilaciones a presión reducida y se procedió con estos extractos de la misma forma que con el vino. Uno de estos cromatogramas lo podemos ver en la Figura 3.

Las sustancias determinadas fueron: acetaldehído (1), formiato de etilo (2), acetato de etilo (3), propionato de etilo (4), etanol (5), 1-propanol (6), isobutanol (7), 3-pentanol (8), 1-butanol (9), 2-metil-1-butanol (10) y 3-metil-1-butanol (11). Los números que aparecen entre paréntesis corresponden a los números de los picos de los cromatogramas. El 3-pentanol es el patrón interno, componente que no poseen los vinos y que se utiliza para cuantificar.

En la Tabla I hemos indicado las concentraciones medias de los volátiles en el vino y en su extracto. Del estudio de la tabla podemos decir que, con la excepción del acetaldehído, el resto de los componentes se pueden extraer del vino mediante la técnica desarrollada en este trabajo, con un buen grado de fiabilidad en su cuantificación. La razón de que el acetaldehído no se pueda determinar correctamente en el destilado, consideramos que es debido a su bajo punto de ebullición (20'2° C).

Mediante la columna utilizada, podemos identificar además de los componentes antes indicados otro gran número de volátiles mayoritarios. Sin embargo, en el vino ensayado, éstos no se encontraban, aunque los hemos determinado en otros vinos blancos y son: propionaldehído, acetato de metilo, dietilacetil, acetona, acetato de propilo, metanol y acetato de isopentilo. Es de suponer que al tener temperaturas de ebullición muy superiores al acetaldehído, se puedan extraer y determinar mediante la destilación a presión reducida.

Tabla I. Concentración en mg/l. de los aromas mayoritarios contenidos en el vino blanco y en el extracto de la destilación (cada valor es media de cinco medidas).

Compuesto	Vino	Destilado
Acetaldehído	33.40	3.65
Formiato de etilo	0.80	0.67
Acetato de etilo	76.21	72.26
Propionato de etilo	0.22	0.24
1-Propanol	119.81	121.21
Isobutanol	17.16	17.92
1-Butanol	0.87	0.82
2-Metil-1-butanol	17.77	18.03
3-Metil-1-butanol	107.98	116.20

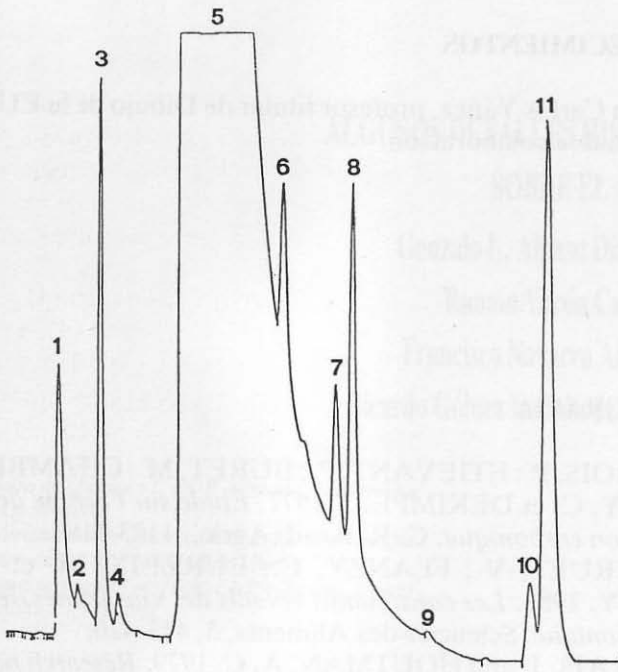


Figura 2: Cromatograma del vino inyectado directamente.

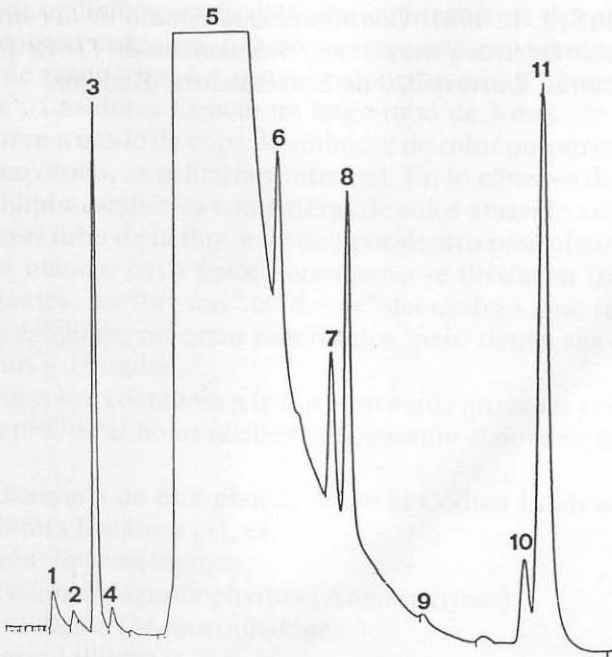


Figura 3: Cromatograma del extracto obtenido mediante la destilación.

AGRADECIMIENTOS

A don Carlos Yáñez, profesor titular de Dibujo de la EUPA, por su inestimable colaboración.

BIBLIOGRAFIA

DUBOIS, P.; ETIEVANT, P.; BURET, M.; CHAMBROY, Y; FLANZY, C. et DEKIMPE, J. 1977. *Étude sur l'arôme des vins de macération carbonique*. C. R. Acad. Agric., 1183-1189.

DUCRUET, V.; FLANZY, C.; BURZEIX, M. et CHAMBROY, Y. 1983. *Les constituants volatils des vins jeunes de macération carbonique*. Sciences des Aliments, 3, 413-426.

MARAIS, J. and HOUTMAN, A. C. 1979. *Research note quantitative gas chromatographic determination of specific esters and higher alcohols in wine using freon extraction*. Am. J. Enol. Vitic., vol. 30, n.º 3, 250-252.

MESIAS, J. L. 1981. *Contribución al estudio de la composición aromática de las uvas y mostos en fermentación de Tierra de Barros*. Tesis Doctoral. Universidad de Extremadura. Badajoz.