

ZUBIA	5	233-237	Logroño	1987
-------	---	---------	---------	------

ESTUDIO DE LA DETERMINACION DE BORO EN VINO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA*

Rosa López Martín**

I. METODOS ANALITICOS

En este trabajo, se han desarrollado dos procedimientos analíticos para la determinación de boro en vino tinto de Rioja, basados en la generación del éster metil bórico volátil y posterior determinación por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA)^{1 2} (llama aire-acetileno). La finalidad del trabajo es proporcionar métodos alternativos que permitan realizar el análisis del elemento de forma rápida, selectiva y precisa.

El trabajo se encuentra dividido básicamente en tres partes.

- A. Estandarización de la muestra.
- B. Determinación de boro por el método de evaporación.
- C. Determinación de boro por el método de la mineralización.

A. Estandarización de la Muestra

Dado que el desarrollo analítico de los nuevos procedimientos, se iba a realizar utilizando muestras de vino, se llevó a cabo, en primer lugar, la estandarización de la muestra que se va a utilizar durante todo el estudio, es decir, la determinación de su contenido en boro. Para ello, se empleó el método espectrofotométrico basado en la

* Realizado mediante una ayuda a la investigación concedida por el I.E.R. en 1986.

** Investigador Agregado IER.

1. Castillo J.R., Mir J.M., Martínez C. and Bendicho C., *At. Spectroscopy* 6, 152, (1985).
 2. Grazhulene S.S., Grassman O.V., Künster K.K., Malyginia L.I., Müller E.N., and Telegin G.F., *J. Off. Anal. Chem.* 40, 548 (1985).

formación del complejo del boro con la 1,1'-diantrímida, que es el recomendado por la OIV³. Así, la muestra de vino se mineraliza por ataque ácido con mezcla $H_2SO_4-H_2O_2$, realizándose la determinación de boro en la solución obtenida utilizando el citado reactivo (longitud de onda de máxima absorción del complejo, 622 nm.)

Este método analítico tal y como viene descrito en la bibliografía³, presentó una serie de inconvenientes que se refieren a la falta de un ataque cuantitativo de la materia orgánica, a la interferencia del peróxido de hidrógeno residual, y a una posible falta de reproducibilidad debido a que no todas las soluciones sufren el mismo grado de evaporación.

Por ello, se realizó un estudio exhaustivo de este método, proponiéndose algunas mejoras operativas reflejadas en la figura 1.

De los resultados obtenidos, se propone como método más conveniente para la estandarización el «Segundo Procedimiento Modificado», que permite eliminar las posibles fuentes de error anteriormente mencionadas.

B. Determinación de Boro por el Método de Evaporación Total

El objeto de este procedimiento es realizar la determinación de boro sin necesidad de mineralizar la muestra.

Para ello, dado que el método de determinación no presenta suficiente sensibilidad (1,2), se realizó una preconcentración de la muestra. De esta forma, se ensayaron diferentes posibilidades y procedimientos de preconcentración, obteniéndose los mejores resultados cuando la muestra fue sometida a una primera evaporación parcial en rotavapor (en presencia de NaOH) y una posterior desecación total en estufa (120°C.).

Tras este tratamiento de la muestra, la determinación de boro se realizó por generación del éster metil bórico sobre el residuo seco, tras la adición de H_2SO_4 -c sobre el mismo, un suave calentamiento y la adición final de metanol. Las condiciones óptimas para la generación se indican en la tabla 1.

C. Determinación de Boro por el Método de la Mineralización

El objetivo de este procedimiento es presentar un procedimiento alternativo de concentración de la muestra.

Para ello, se mineraliza el vino por ataque ácido de la muestra con ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno, de manera que la fase líquida resultante del ataque, contenga solamente ácido sulfúrico, dado que la presencia de agua en proporciones superiores al 10% (V/V) disminuye el rendimiento de la generación del compuesto de boro volátil.

Tras realizar el ataque, se determinó el contenido en boro por la técnica combinada generación del éster metil bórico-EAA, para lo cual se inyecta un volumen determinado

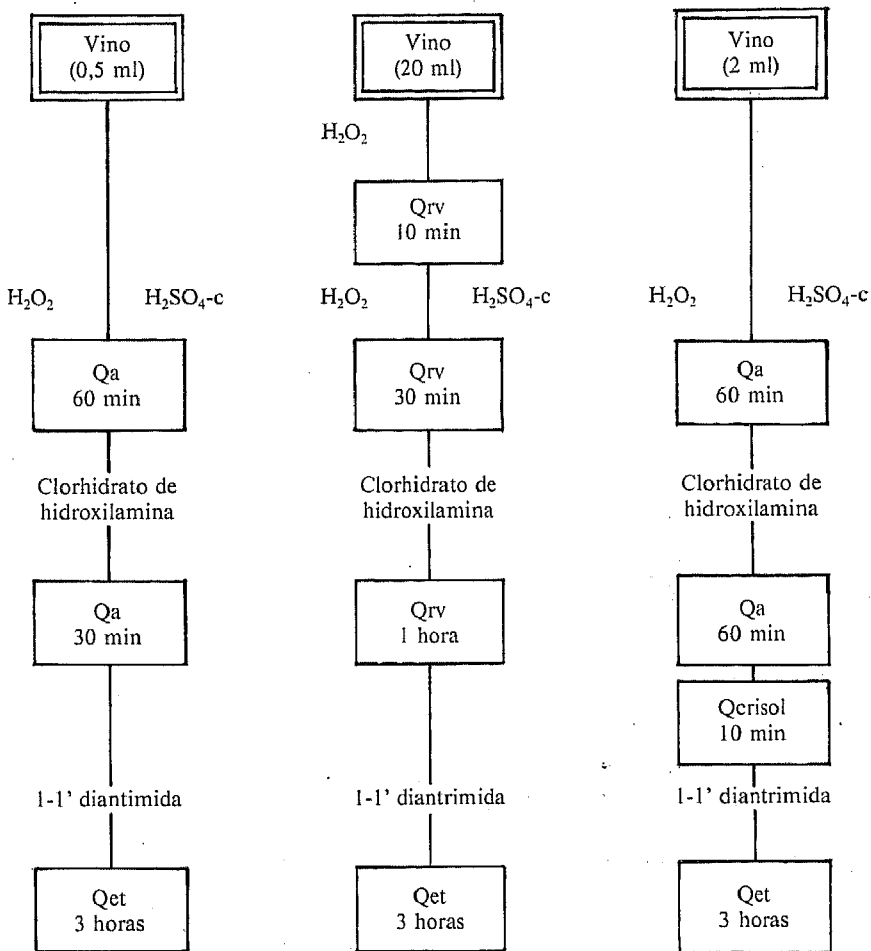
3. Oficina Internacional de la Viña y el Vino. «Recopilación de los Métodos Internacionales de Análisis de Vinos». Publicaciones del Ministerio de Agricultura de España, Servicio de Publicaciones Agrarias, Madrid (1979).

Figura 1:

METODO O.I.V.

SEGUNDO PROCEDIMIENTO MODIFICADO

PRIMER PROCEDIMIENTO MODIFICADO



Qa: Calentamiento en baño de agua. Qrv: En rotavapor. Qet: En estufa.

de metanol sobre la fase sulfúrica obtenida del ataque. En la tabla 1 se indican las condiciones óptimas de generación y determinación.

Tabla 1:

Método	Volumen H ₂ SO ₄ -c (ml.)	Volumen H ₂ O bid. (ml.)	Volumen CH ₃ OH (ml.)	T. ^a y Tpo. calentam.	Rango lineal Altura (µg)	Rango lineal Area (µg)	DRS %
B	0,1	—	0,5	90°C. 3 min.	0-75	0-175	13
C	1	0,1	5	—	0-175	0-225	5
Longitud de Onda = 532. nm.				Anchura de Rendija = 0,7 nm.			

II. APLICACION

Se ha determinado el contenido de boro en un vino tinto de Rioja, utilizando los métodos analíticos expuestos anteriormente. Los resultados obtenidos, se reflejan en la siguiente tabla:

<u>Método</u>	<u>Conc. de B, mg/ml</u>
A	5,2
B	4,48 (*)
	4,31 (**)
C	4,59 (*)
	5,24 (**)

(*) . Altura de pico.

(**) . Area de pico.

III. CONCLUSIONES

1. Se obtienen mejores resultados, en cuanto a precisión y exactitud, utilizando el método de mineralización, en su modalidad de áreas de pico. Sin embargo, el método de evaporación es más rápido y da lugar a valores de precisión aceptables.

2. Dada la casi total ausencia de interferencias, el método es igualmente aplicable a vinos rosados y blancos.

AGRADECIMIENTOS

– Mi agradecimiento al Instituto de Estudios Riojanos, por la ayuda de investigación que me asignó para realizar este trabajo, sin la cual no hubiera podido llevarse a cabo.

– Mi agradecimiento al los Dres. D. Jesús Sanz y D. Javier Galbán por la dirección del mismo y al departamento de Química Analítica (Universidad de Zaragoza) en el CUR por haber puesto a mi disposición todos los medios físicos y humanos para realizar este trabajo.