	<b>MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ EN VINAGRES LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-MA-78
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	28/06/2023
		<b>PÁGINA</b>	1 de 6

## 1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para la determinación cuantitativa de acidez como ácido acético en vinagre, bajo la metodología NTC 2188.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento es desarrollado por el Laboratorio Físicoquímico de Alimentos del Laboratorio Departamental de Salud Pública de Santander y es aplicable a la matriz de vinagres.

## 3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad del profesional del Laboratorio Físicoquímico de Alimentos aplicar lo anterior con calidad y oportunidad, así como garantizar los resultados que se generen del mismo.

## 4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

**Acidez:** Es una medida del periodo de producción de ácido láctico bajo la influencia microbiana.

**Titulación:** Operación consistente en añadir una solución valorada sobre el problema hasta llegar a que la reacción sea cuantitativa. Se habla indistintamente de titulación, valoración o volumetría.

**Factor:** Parámetro que relaciona la concentración real de una disolución respecto con la concentración teórica.

**Factorizar:** Acción de cálculo del factor de una disolución mediante una titulación.

**Punto de equivalencia:** Punto de la reacción en que se igualan los equivalentes de ambos reactivos.

**Punto final:** Punto en que se detiene la valoración porque se produce un cambio característico y perceptible (cambio de color o aparición de un precipitado)

**Error de titulación:** Diferencia de volumen o masa de analito entre el punto de equivalencia y el punto final.

**Indicador:** Es un reactivo auxiliar que se añade en algunas valoraciones para reconocer el punto final mediante el cambio de color del mismo. El indicador elegido debe virar lo más cerca posible del punto de equivalencia.

**Patrones primarios:** Compuestos de elevada pureza que sirven como reactivos de referencia en los métodos volumétricos y gravimétricos. Es preciso que tengan las siguientes características: máxima pureza, estabilidad, ausencia de agua de hidratación, accesible y barato, soluble en el medio de titulación, peso molecular relativamente grande.


**Rango:** Es la zona de pH que un indicador precisa para manifestar completamente su cambio de color (zona de viraje).

**Vinagre:** producto resultante de la fermentación con “acetobacter sp” de los sustratos alcohólicos provenientes de las materias primas azucaradas o feculentas. No podrá denominarse vinagre a los productos obtenidos por la dilución de ácido acético o a la mezcla de este con vinagre.

## 5. CONDICIONES GENERALES

Antes de comenzar a trabajar con las muestras, asegúrese de la limpieza de su lugar de trabajo y de que lo mencionado en materiales, insumos y reactivos esté disponible.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	<b>MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ EN VINAGRES LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-MA-78
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	28/06/2023
		<b>PÁGINA</b>	2 de 6

Revisar el Manual del Sistema de Seguridad y Salud en el Trabajo y las hojas (fichas) de Seguridad correspondientes a los reactivos utilizados.

Utilizar los elementos de protección personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo) y registrar en el formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378

El rango de temperatura de operación es de 20 °C– 25°C y humedad relativa máxima de 30 y 70%. Las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del termo higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales Formato MI-GS-RG-37.

Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases

#### **Disposición de residuos:**

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulado de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y diligenciar el formato de entrega de residuos químicos para disposición final: MI-GS-RG-375 y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

Seguir las recomendaciones generales para la adecuada disposición de residuos peligrosos y manejo de sustancias químicas, tener conocimiento del grado de peligrosidad de las sustancias químicas comprometidas en el procedimiento y ubicación de las fichas de seguridad de los reactivos y/o sustancias

## **6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO**


El contenido total de ácido de un vinagre se determina fácilmente mediante volumetría ácido-base. La disolución valorada de una base fuerte reacciona, en el transcurso de la valoración, con los ácidos orgánicos presentes en la muestra; una vez alcanzado el punto final, se puede establecer una relación entre los equivalentes de la disolución valorada añadida y la cantidad de sustancia problema, lo que permite conocer dicha acidez valorable. Ésta se expresa, usualmente, en términos del ácido predominante presente en la muestra (ácido cítrico en gaseosas, ácido málico en zumo de manzana, ácido tartárico en vino, ácido acético en vinagres, etc.), aunque puedan existir otros ácidos minoritarios en la muestra.

Para determinar la concentración exacta de la disolución de hidróxido de sodio (disolución valorada), con el fin de su utilización en la determinación de la acidez valorable, se puede utilizar un ácido patrón primario tal como el ftalato ácido de potasio. El punto final de estas determinaciones se detecta utilizando como indicador ácido-base la fenolftaleína (indicador ácido-base visual).

El vinagre o vinagre de vino es el líquido obtenido de la fermentación acética del vino puro o diluido de piquetas de vino, con una riqueza mínima de cincuenta gramos de ácido acético por litro. La acidez total se define como la totalidad de los ácidos volátiles y fijos que contiene el vinagre, expresada en gramos de ácido acético por 100 mL de vinagre.

Para determinar este parámetro el Laboratorio de Salud Pública de Santander se basa en el procedimiento de la 17<sup>va</sup> edición de la AOAC; la cual practica una titulación con hidróxido de sodio, adición de fenolftaleína a la muestra y su determinación varía de acuerdo al tipo de producto tratado. El método se basa en la neutralización de la acidez de la leche mediante la adición de una base en presencia de un indicador cromático, cuyo cambio de color evidencia el punto final de la reacción.

<b>Versión</b>	<b>Elaboración</b>	<b>Revisión Técnica</b>	<b>Revisión de Calidad</b>
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	<b>MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ EN VINAGRES LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-MA-78
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	28/06/2023
		<b>PÁGINA</b>	3 de 6

## 7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

## 8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Conservar la muestra en su empaque original debidamente sellado o en un recipiente de vidrio seco de cierre hermético que impida la absorción de humedad del ambiente en el cual se encuentra la muestra, cuando el personal del laboratorio efectúe la toma de las muestras o cuando el cliente se haga responsable por la toma de las muestras. Ver los siguientes documentos publicados en la intranet de la Gobernación de Santander.

- Manual de recepción y manejo de muestras (MI-GSM-MA-11)
- Manual de toma y recepción de muestras de alimentos y bebidas alcohólicas laboratorio de salud pública de Santander (MI-GSM-MA-08)

## 9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra debe ser almacenada y conservada en las condiciones que el fabricante recomiende en el empaque del alimento. La muestra debe conservarse en su empaque original y debe embalarse en un empaque secundario que proteja la muestra de deterioro y de rupturas o daño de la muestra.

## 10. RECURSOS

### 10.1. Materiales

- Bureta graduada cada 0,05 ml o cada 0,1 ml, capacidad 25 ml.
- Soporte para bureta.
- Crisoles.
- Espátula.
- Erlenmeyer de 125 ml o 250 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Vaso de precipitado de 20 y 250 ml.
- Pipetas aforadas de 10 ml.
- Frasco lavador

### 10.2. Equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de su uso, realizar las verificaciones como indica el instructivo de manejo de cada equipo. Diligenciar los formatos de uso del equipo


- Purificador de agua destilada tipo I
- Balanza analítica.
- Desecador
- Horno de secado

## 11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

Los reactivos deben ser de grado analítico y contar con el respectivo certificado de análisis de trazabilidad. Cuando se preparen las soluciones se debe diligenciar los formatos de Preparación de reactivos MI-GS-RG-101, Formato valoración de reactivos MI-GS-RG-107, Formato Verificación de balanza MI-GS-RG-102, Formato de verificación de agua destilada MI-GS-RG-106.

- **Agua destilada tipo I**
- **Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1N**
  - Pesar 4,04 gramos de Hidróxido de Sodio (99%)
  - Disolver en una pequeña cantidad de agua destilada
  - Transferir a un matraz aforado de 1 Litro
  - Adicionar agua destilada hasta enrasar
  - Se debe almacenar en recipiente de plástico, bien cerrado y en ambiente fresco
  - Proceder a la valoración de la solución de NaOH

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	<b>MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ EN VINAGRES LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-MA-78
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	28/06/2023
		<b>PÁGINA</b>	4 de 6

- **Solución de fenolftaleína 1%**  
Pesar 1 g de fenolftaleína, y aforar en 100 ml de etanol absoluto, agitar y almacenar en recipiente ambar
- **Solución de ftalato de potasio (C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>4</sub>)**  
Pesar aproximadamente 0.9 de ftalato de potasio previamente seco (105°C por dos horas) y diluir en 50 ml de agua destilada tipo I., se debe registrar el valor exacto del ftalato de potasio (C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>4</sub>)

## 12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

### 12.1. Valoración del hidróxido de sodio 0.1 N

- De la solución preparada de ftalato de potasio tomar una alícuota de 25 ml y llevarla a un erlenmeyer de 125 ml.
- Agregar 5 gotas de la solución de fenolftaleína 1% al erlenmeyer.
- Titular el ftalato de potasio con la solución de hidróxido de sodio 0,1 N hasta obtener el viraje de transparente a color rosáceo, registrar el volumen gastado.
- Aplicar la siguiente fórmula para determinar el factor de valoración.

$$F = \frac{\text{masa}_{\text{Ftalato}}}{\text{PesoMolecular}_{\text{Ftalato}} * (\text{Volumen}_{\text{titulación}}) * \text{Normalidad NaOH}} * (1000)$$

- Realizar por duplicado

NOTA: Se debe realizar una valoración de la solución cada vez que sea preparada o trimestralmente en caso de que no sea gastada frecuentemente.


### 12.2. Análisis de la muestra

- Realizar por duplicado.
- En un erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup> previamente tarado, se pesan 10 g de vinagre filtrado.
- Agregar 3 a 4 gotas de fenolftaleína a la muestra y agitar suavemente.
- Titular rápidamente la muestra con el NaOH 0.5 N, con agitación continua. La valoración concluye cuando aparece una coloración rosa débil, que debe persistir al menos durante unos segundos.
- Registrar en el formato de trabajo el valor de los mililitros gastados en la valoración
- Si el resultado entre muestras duplicadas difiere más de 1 % debe repetirse el análisis.

## 13. CONTROL DE CALIDAD ANÁLITICO

- Ejecute la rutina de verificación del equipo siguiendo el instructivo de manejo y verificación de la balanza, cada vez que vaya a realizar uso de esta.
- Valoración del reactivo con Ftalato de potasio cada vez que se prepare el reactivo (duplicado) o cada 3 meses si su gasto no es continuo.
- Realice duplicado con el fin de evaluar la repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (%RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 5%. Si la variación excede al límite, debe repetirse el análisis.
- Utilice siempre material limpio, siguiendo el ítem lavado de material en el Instructivo de limpieza y desinfección del laboratorio MI-GS-RG-526
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio del instituto Nacional de Medicamentos y Alimentos (INVIMA)
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (la diferencia porcentual relativa, verificación del equipo), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento de trabajo no conforme.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	<b>MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ EN VINAGRES LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-MA-78
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	28/06/2023
		<b>PÁGINA</b>	5 de 6

#### 14. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Los resultados se expresaron en ácido acético % de muestra (p/v).

Para calcular el % de acidez en gramos/Litro de ácido acético, se debe aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Acidez Total (m/v)} = \frac{V * N * 6.005 * D}{m}$$

V = volumen de hidróxido de sodio empleado en la titulación.

N = normalidad del hidróxido de sodio empleado en la titulación.

D = densidad relativa del vinagre a 20 °C, expresada en  $\frac{g}{cm^3} = 1.05 \frac{g}{cm^3}$

m = masa en gramos de la muestra de vinagre tomada.

6.005 = factor de conversión a gramos de ácido acético.

#### 15. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

Los resultados serán enviados por correo electrónico al técnico remitente de la muestra y a coordinación de Salud ambiental, con los requisitos mínimos requeridos por la ISO17025

#### 16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

Los resultados serán enviados junto a las demás pruebas realizadas de una misma muestra.

#### 17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Resolución 775 de 2008. Por la cual se establece el reglamento técnico sobre los requisitos sanitarios que deben cumplir las fábricas que procesen, envasen, transporten, expendan, almacenen, importen, exporten y comercialicen vinagre para consumo humano. Bogotá D.C.: El Ministerio, 2008. 8 p.

#### 18. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	0-5% (Máximo 0,5 g) Aplicada a los duplicados en condiciones de repetitividad	Repetir análisis Levantar TNC


#### 19. ANEXOS

- Hoja de trabajo de vinagres

#### 20. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	28/06/2023	Emisión inicial del documento	Alba Rocío Orduz Amézquita <b>Líder Grupo LDSP</b>  German Eduardo Marín Cárdenas <b>Director de Salud Integral</b>	Javier Alonso Villamizar Suarez <b>Secretario de Salud de Santander</b>

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	<b>MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR LA ACIDEZ EN VINAGRES</b> <b>LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER</b>	<b>CÓDIGO</b>	MI-GS-MA-78
		<b>VERSIÓN</b>	0
		<b>FECHA DE APROBACIÓN</b>	28/06/2023
		<b>PÁGINA</b>	6 de 6

			Diego Sánchez Báez <b>Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad</b>	
			César Ernesto Sánchez Aranda <b>Director de Planeación y Mejoramiento en Salud</b>	

<b>Versión</b>	<b>Elaboración</b>	<b>Revisión Técnica</b>	<b>Revisión de Calidad</b>
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas