

I

(Atti per i quali la pubblicazione è una condizione di applicabilità)

REGOLAMENTO (CEE) N. 2984/78 DELLA COMMISSIONE

del 17 novembre 1978

che determina i metodi d'analisi comunitari da utilizzare nel settore del vino e abroga il regolamento (CEE) n. 1539/71

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento (CEE) n. 816/70 del Consiglio, del 28 aprile 1970, relativo a disposizioni complementari in materia di organizzazione comune del mercato vitivinicolo ⁽¹⁾, modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 1861/78 ⁽²⁾, in particolare l'articolo 39,

visto il regolamento (CEE) n. 817/70 del Consiglio, del 28 aprile 1970, che stabilisce disposizioni particolari relative ai vini di qualità prodotti in regioni determinate ⁽³⁾, modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 2211/77 ⁽⁴⁾, in particolare l'articolo 11, paragrafo 3,

considerando che l'articolo 39, paragrafo 2, del regolamento (CEE) n. 816/70 prescrive l'adozione dei metodi di analisi che consentono di determinare la composizione dei prodotti di cui all'articolo 1 del regolamento in causa e definisce le norme che consentono di stabilire se questi prodotti hanno subito dei trattamenti in violazione delle pratiche enologiche autorizzate ;

considerando che l'articolo 11, paragrafo 1, del regolamento (CEE) n. 817/70 prevede un esame analitico riguardante come minimo i valori degli elementi caratteristici del v.q.p.r.d. in questione che figurano tra quelli enumerati nell'allegato dello stesso regolamento ;

considerando che il controllo delle indicazioni figuranti nei documenti relativi ai prodotti in oggetto rende necessaria l'instaurazione di metodi d'analisi uniformi che permettano di ottenere dati precisi e comparabili; che tali metodi devono pertanto essere obbligatori per ogni transazione commerciale ed ogni operazione di controllo; che, date le esigenze di controllo e le possibilità limitate del commercio è tuttavia opportuno ammettere un numero limitato di procedimenti usuali che permettono una determinazione rapida e sufficientemente sicura degli elementi ricercati ;

considerando che è opportuno adottare come metodi quelli che beneficiano di un riconoscimento generale, ad esempio i metodi sviluppati nell'ambito della convenzione internazionale per l'unificazione dei metodi d'analisi e di apprezzamento dei vini del 1954 e menzionati nell'allegato del regolamento (CEE) n. 1539/71 della Commissione, del 19 luglio 1971, che stabilisce i metodi d'analisi comunitari applicabili nel settore del vino ⁽⁵⁾ ;

considerando tuttavia che il regolamento (CEE) n. 1539/71 si riferisce ai vari metodi d'analisi riconosciuti dalla predetta convenzione senza descriverli in modo particolareggiato; che gran parte degli interessati deve pertanto comprendere questi metodi in una lingua diversa dalla lingua materna; che ciò costituisce un notevole ostacolo per la buona comprensione del diritto comunitario; che occorre pertanto pubblicare nell'allegato del presente regolamento tutti i metodi d'analisi riconosciuti dal diritto comunitario in tutte le lingue ufficiali della Comunità ;

considerando che nell'attesa che vengano adottate in materia disposizioni comunitarie è indispensabile consentire agli Stati membri, al fine di valutare se un prodotto ha subito trattamenti o manipolazioni non conformi alle disposizioni comunitarie, di stabi-

⁽¹⁾ GU n. L 99 del 5. 5. 1970, pag. 1.

⁽²⁾ GU n. L 215 del 4. 8. 1978, pag. 1.

⁽³⁾ GU n. L 99 del 5. 5. 1970, pag. 20.

⁽⁴⁾ GU n. L 256 del 7. 10. 1977, pag. 1.

⁽⁵⁾ GU n. L 163 del 21. 7. 1971, pag. 41.

lire i valori limite degli elementi presenti che caratterizzano talune pratiche enologiche e prescrive l'utilizzazione delle tavole che consentono di raffrontare i dati analitici; che, dal momento che non si dispone di alcun metodo che consenta di stabilire l'arricchimento abusivo dei vini, è opportuno autorizzare gli Stati membri a determinare entro e non oltre il 31 agosto 1979 il residuo secco ridotto con il metodo utilizzato prima del 19 luglio 1971 unicamente nel quadro del controllo del rapporto alcole/residuo; che occorre pertanto abrogare il regolamento (CEE) n. 1539/71;

considerando che le misure previste dal presente regolamento sono conformi al parere del comitato di gestione per i vini,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

1. Nell'allegato del presente regolamento figurano taluni metodi di analisi comunitari che consentono, per quanto riguarda le transazioni commerciali e le operazioni di controllo

- di stabilire la composizione dei prodotti di cui all'articolo 1 del regolamento (CEE) n. 816/70,
- di accertare se i prodotti in causa hanno subito dei trattamenti in violazione delle pratiche enologiche autorizzate.

2. Per le materie per le quali sono fissati i metodi di riferimento e i metodi usuali, i soli risultati validi sono quelli ottenuti applicando i metodi di riferimento.

3. I metodi di analisi di cui all'articolo 39, paragrafo 3, del regolamento (CEE) n. 816/70 possono essere applicati per analizzare le sostanze per le quali nell'allegato del presente regolamento non è previsto alcun metodo d'analisi o per completare o comprovare i risultati ottenuti con il metodo di riferimento.

4. Fino a che non verranno adottate disposizioni comunitarie relative ai limiti espressi in cifre degli elementi presenti che caratterizzano l'utilizzazione di talune pratiche enologiche e delle tabelle che consentono la comparazione dei dati analitici, gli Stati membri possono, per valutare se un prodotto è stato oggetto di trattamenti o di manipolazioni non conformi alle disposizioni comunitarie,

- determinare i limiti espressi in cifre degli elementi presenti nel prodotto,
- prescrivere l'utilizzazione delle tabelle che consentono il raffronto dei dati analitici,
- determinare, non oltre il 31 agosto 1979, l'estratto secco con il metodo che essi hanno utilizzato prima del 19 luglio 1971 unicamente nel quadro del controllo del rapporto alcole/estratto.

Articolo 2

Il regolamento (CEE) n. 1539/71 è abrogato.

Articolo 3

Il presente regolamento entra in vigore il 1° gennaio 1979.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 17 novembre 1978.

Per la Commissione

Finn GUNDELACH

Vicepresidente

ALLEGATO

1. MASSA VOLUMICA E DENSITÀ RELATIVA 20/20

1.1. DEFINIZIONI

La massa volumica e la densità relativa del vino e del mosto sono determinate a 20 °C.

La massa volumica è il quoziente fra la massa di un certo volume di vino o di mosto a 20 °C e questo volume. Si esprime in grammi per centimetro cubico ⁽¹⁾ ed il suo simbolo è ρ_{20° .

La densità relativa è il rapporto, espresso in numero decimale, fra la massa volumica del vino (o del mosto) a 20 °C e la massa volumica dell'acqua alla stessa temperatura. Il suo simbolo è $d_{20/20}$, o semplicemente d quando non è possibile alcuna confusione.

Sui certificati d'analisi, la caratteristica considerata è precisata usando unicamente i simboli suddetti. È preferibile usare soltanto la massa volumica a 20 °.

Convenzionalmente, la massa volumica e la densità devono essere corrette dell'azione dell'anidride solforosa e dell'antisettico eventualmente aggiunti al momento del prelevamento per stabilizzare il vino od il mosto prelevato.

1.2. PRINCIPIO DEI METODI

Metodo di riferimento: picnometria, con risultati aventi l'approssimazione di 0,0001.

Primo metodo usuale: areometria, con risultati aventi l'approssimazione di 0,0003.

Secondo metodo usuale: densimetria per bilancia idrostatica con risultati aventi l'approssimazione di 0,0003.

Trattamenti preliminari

Se il vino o il mosto contengono quantità notevoli di anidride carbonica, eliminarne la maggior parte agitando 250 millilitri di vino in un pallone da 1 000 millilitri o filtrando sotto pressione ridotta su 2 grammi di cotone idrofilo collocato in una allunga.

Se il vino od il mosto sono torbidi, filtrare 250 millilitri di vino o di mosto su carta a pieghe a filtrazione rapida, in imbuto coperto, oppure centrifugarli in tubi chiusi, il filtrato sarà raccolto in un matraccio da 250 millilitri. Di questa operazione sarà fatta menzione sul certificato di analisi.

1.3. METODO DI RIFERIMENTO — PICNOMETRIA — APPARECCHIO

Si utilizza un picnometro in pyrex della capacità di circa 100 millilitri, provvisto di un termometro mobile a giunto smerigliato, graduato in decimi di grado da 10 ° a 30 °C.

Detto picnometro porta un tubo laterale di 15 millimetri di lunghezza e di 1 millimetro al massimo, di diametro interno, terminante con una parte conica smerigliata. Questo tubo laterale può essere coperto da un « tappo ricevitore », costituito da un tubo conico smerigliato terminante con una parte affilata. Questo tappo serve da camera di dilatazione. Il termometro deve essere controllato con precisione e le due smerigliature dell'apparecchio debbono essere fatte con la massima cura. Esse possono essere leggermente lubrificate con una traccia di silicone.

Quale tara, si adopera un recipiente dello stesso volume esterno del picnometro. Esso viene riempito quasi completamente con una soluzione di un sale metallico, come il cloruro di sodio, il cromato di potassio, ecc., di densità tale che la massa di questa tara sia uguale alla massa del picnometro pieno di un liquido di densità 1,01 ⁽²⁾. Questo recipiente è saldato alla fiamma. La sua capacità esterna dev'essere uguale alla capacità esterna del picnometro pieno, a meno di circa 1 millilitro.

Taratura del picnometro

La taratura del picnometro vuoto è effettuata sui piatti di una bilancia sensibile a 1/10 di milligrammo e la cui portata massima sia di almeno 200 grammi, adoperando pesi di precisione.

⁽¹⁾ Od anche grammi per millilitro, poiché un 1 ml è, dal 1961, identificato con 1 cm³.

⁽²⁾ Così tarato, il picnometro è pronto per la misura di densità inferiori od appena superiori a quella dell'acqua, come le densità di distillati idroalcolici o di vini secchi.
Per i liquidi di densità nettamente superiore ad 1, come vini dolci e mosti, si utilizzerà la stessa tara, aumentata di un peso di 20 grammi di ottone. Il volume di questo sovraccarico è piccolo, dunque le variazioni della spinta atmosferica su di esso sono trascurabili. Nel caso di questi liquidi, la massa volumica non richiede di essere misurata con l'alta precisione necessaria nel caso dei distillati idroalcolici (misura del titolo alcolometrico).

Al valore dei pesi p posti a fianco del picnometro vuoto e asciutto si somma il peso dell'aria che si trova contenuta in esso ⁽¹⁾. Si ottiene così la tara corretta del picnometro vuoto.

Per il calcolo della massa m dell'aria contenuta nel picnometro si può adottare come massa volumica dell'aria il valore di 1,2 grammi/litro ⁽²⁾. La massa m dell'aria contenuta nell'apparecchio si ottiene moltiplicando per 0,0012 il volume in millilitri del picnometro. Dato che non è necessario conoscere m con un'approssimazione migliore di 5/10 di milligrammo, questo volume è numericamente uguale a $(p - p')$, dove p' è il peso che si deve collocare accanto al picnometro pieno d'acqua per ottenere l'equilibrio.

Si tara poi il picnometro pieno d'acqua a t °C, temperatura dell'acqua letta con la lente d'ingrandimento sul termometro del picnometro (con l'approssimazione di 0,02 °C); sia p' il valore dei pesi che determinano l'equilibrio.

Si calcola il volume a 20 °C del picnometro ⁽³⁾ moltiplicando la massa dell'acqua a t °C contenuta nel picnometro a t °C per il fattore F fornito dalla tabella I. Questa tabella dà gli inversi delle masse volumiche dell'acqua a t °C, corrette della dilatazione del picnometro in pyrex tra t °C e 20 °C.

La conoscenza di questo volume è necessaria per la misura delle masse volumiche dei liquidi.

Quando si vuol calcolare la densità rispetto all'acqua a 20 °C, bisogna conoscere la massa dell'acqua a 20 °C contenuta nel picnometro a 20 °C. Essa si ottiene moltiplicando il volume a 20 °C per 0,998 203, massa volumica dell'acqua a 20 °C.

È opportuno effettuare 3 volte di seguito l'operazione di taratura, per verificare bene che non vi siano errori in questa operazione fondamentale ⁽⁴⁾.

La tara del picnometro vuoto, il volume a 20 °C (ed in via accessoria la massa dell'acqua a 20 °C) costituiscono le caratteristiche dell'apparecchio. Grazie all'impiego di una tara dello stesso volume del picnometro pieno, non è più necessario determinarle ad ogni misura. È tuttavia opportuno verificarle periodicamente, per esempio una volta all'anno.

⁽¹⁾ La correzione della spinta atmosferica è così fatta una volta per tutte.

⁽²⁾ A rigore, bisognerebbe annotare la temperatura del picnometro e la pressione atmosferica e calcolare la massa volumica dell'aria in queste condizioni. In pratica, è necessario effettuare tale calcolo soltanto quando si lavora in un luogo la cui altitudine sia superiore ai 1 400 metri e ad una temperatura superiore ai 30 °C. Difatti, una variazione del 10% della massa volumica dell'aria si traduce in un errore di $5 \cdot 10^{-6}$ sulla densità di un distillato di vino ed in un errore di 0,005 al massimo sul grado alcolico misurato, il che è trascurabile.

⁽³⁾ Il volume, così calcolato, non è rigorosamente esatto, poiché non si è tenuto conto della spinta dell'aria sui pesi, i quali non sono generalmente corretti per tale spinta. È però preferibile conservare questo valore non corretto, quindi fittizio, per evitare di dover introdurre una correzione della stessa natura, ma inversa, sulle misure propriamente dette. Il volume reale può essere calcolato moltiplicando il volume fittizio per 0,999 857.

⁽⁴⁾ Si può evitare ogni calcolo se si tara il picnometro pieno d'acqua a 20 °C o 15 °C, leggendo la temperatura con la lente d'ingrandimento con l'approssimazione di 0,02 °C e non dimenticando l'eventuale correzione della scala del termometro.

TABELLA I

Fattori F

per i quali bisogna moltiplicare la massa dell'acqua contenuta nel picnometro in pyrex a t° per calcolare il volume del picnometro a 20°C

$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,1	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001290	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

Modo di operare

Si riempie con cura il picnometro con il liquido alla temperatura ambiente; lo si colloca nell'ambiente termicamente isolato; si agita il liquido, capovolgendo due o tre volte finché la temperatura letta al termometro sia costante. Si livella esattamente al bordo superiore del tubo laterale, che viene asciugato; si applica il « tappo ricevitore », si misura la temperatura t° con la stessa accuratezza di prima e si asciuga accuratamente il picnometro. Questo viene pesato: sia p'' il peso che realizza l'equilibrio.

La differenza fra la tara corretta ed il peso p'' dà la massa del liquido contenuto nell'apparecchio (corretta della spinta dell'aria).

Si calcolano allora la massa volumica apparente a t° , dividendo questa massa per il volume a 20°C e la densità apparente d_{20}^t , dividendo questa stessa massa per la massa dell'acqua contenuta a 20°C nel picnometro.

1. Correzione della temperatura

Si correggono q_t e d_{20}^t mediante una delle tabelle di correzione qui di seguito riportate, a seconda della natura del liquido studiato: vino secco (tabella II), mosto naturale o concentrato (tabella III), vino dolce (tabella IV), residuo senz'alcool (vino privato dell'alcole per distillazione e riportato al volume iniziale) (tabella II).

Nella compilazione di queste tabelle è stato tenuto conto della dilatazione dei liquidi e del contenitore fra le temperature di t° e 20°C .

2. Correzioni rese necessarie dalla presenza di antisettici

La massa volumica va poi corretta dell'azione dell'anidride solforosa utilizzando la formula:

$$q_{20} = q'_{20} - 0,0006 S$$

nella quale: q'_{20} = massa volumica osservata,

q_{20} = massa volumica corretta,

S = quantità di anidride solforosa totale espressa in mg per litro.

Se l'antisettico aggiunto al momento del prelievo del campione è il salicilato di sodio nella dose di ss grammi per litro, la correzione sottrattiva supplementare da apportare a q'_{20} è 0,00043 ss.

Se l'antisettico è l'acido salicilico nella dose di as grammi per litro, la correzione sottrattiva supplementare da apportare a q'_{20} è 0,00031 as.

La densità d_{20}^{20} deve subire identiche correzioni.

TABELLA IV

Tabella delle correzioni C per la temperatura sulla massa volumica dei vini di 13 % vol o più misurata con picnometro in pyrex a t° per ricondurre il risultato a 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - & \text{se } t \text{ è inferiore a } 20 \text{ °C} \\ + & \text{se } t \text{ è superiore a } 20 \text{ °C} \end{cases}$$

Temperature	Vino a 13 % vol							Vino a 15 % vol							Vino a 17 % vol						
	masse volumiche							masse volumiche							masse volumiche						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,36	2,71	3,06	3,42	3,72	3,96	4,32	2,64	2,99	3,36	3,68	3,99	4,30	4,59	2,94	3,29	3,64	3,98	4,29	4,60	4,89
11°	2,17	2,49	2,80	2,99	3,39	3,65	3,90	2,42	2,73	3,05	3,34	3,63	3,89	4,15	2,69	3,00	3,32	3,61	3,90	4,16	4,41
12°	1,97	2,25	2,53	2,79	3,05	3,29	3,52	2,19	2,47	2,75	3,01	3,27	3,51	3,73	2,42	2,70	2,98	3,24	3,50	3,74	3,96
13°	1,78	2,02	2,25	2,47	2,69	2,89	3,09	1,97	2,21	2,44	2,66	2,87	3,08	3,29	2,18	2,42	2,64	2,87	3,08	3,29	3,49
14°	1,57	1,78	1,98	2,16	2,35	2,53	2,70	1,74	1,94	2,14	2,32	2,52	2,69	2,86	1,91	2,11	2,31	2,50	2,69	2,86	3,03
15°	1,32	1,49	1,66	1,82	1,97	2,12	2,26	1,46	1,63	1,79	1,95	2,10	2,25	2,39	1,60	1,77	1,93	2,09	2,24	2,39	2,53
16°	1,08	1,22	1,36	1,48	1,61	1,73	1,84	1,18	1,32	1,46	1,59	1,71	1,83	1,94	1,30	1,44	1,58	1,71	1,83	1,95	2,06
17°	0,83	0,94	1,04	1,13	1,22	1,31	1,40	0,91	1,02	1,12	1,21	1,30	1,39	1,48	1,00	1,10	1,20	1,30	1,39	1,48	1,56
18°	0,58	0,64	0,71	0,78	0,84	0,89	0,95	0,63	0,69	0,76	0,83	0,89	0,94	1,00	0,69	0,75	0,82	0,89	0,95	1,00	1,06
19°	0,30	0,34	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,52	0,36	0,39	0,42	0,46	0,49	0,52	0,54
20°																					
21°	0,30	0,33	0,36	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46	0,49	0,51	0,35	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54
22°	0,60	0,67	0,73	0,80	0,85	0,91	0,98	0,65	0,72	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	0,71	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	1,07
23°	0,93	1,02	1,12	1,22	1,30	1,39	1,49	1,01	1,10	1,20	1,29	1,38	1,46	1,55	1,10	1,19	1,29	1,38	1,46	1,55	1,63
24°	1,27	1,39	1,50	1,61	1,74	1,84	1,95	1,37	1,49	1,59	1,72	1,84	1,95	2,06	1,48	1,60	1,71	1,83	1,95	2,06	2,17
25°	1,61	1,75	1,90	2,05	2,19	2,33	2,47	1,73	1,87	2,02	2,17	2,31	2,45	2,59	1,87	2,01	2,16	2,31	2,45	2,59	2,73
26°	1,94	2,12	2,29	2,47	2,63	2,79	2,95	2,09	2,27	2,44	2,62	2,78	2,94	3,10	2,26	2,44	2,61	2,79	2,95	3,11	3,26
27°	2,30	2,51	2,70	2,90	3,09	3,27	3,44	2,48	2,68	2,87	3,07	3,27	3,45	3,62	2,67	2,88	3,07	3,27	3,46	3,64	3,81
28°	2,66	2,90	3,13	3,35	3,57	3,86	4,00	2,86	3,10	3,23	3,55	3,77	3,99	4,20	3,08	3,31	3,55	3,76	3,99	4,21	4,41
29°	3,05	3,31	3,56	3,79	4,04	4,27	4,49	3,28	3,53	3,77	4,02	4,26	4,49	4,71	3,52	3,77	4,01	4,26	4,50	4,73	4,95
30°	3,44	3,70	3,99	4,28	4,54	4,80	5,06	3,68	3,94	4,23	4,52	4,79	5,05	5,30	3,95	4,22	4,51	4,79	5,07	5,32	5,57

Temperature	Vino a 19 % vol							Vino a 21 % vol						
	masse volumiche							masse volumiche						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,27	3,62	3,97	4,30	4,62	4,92	5,21	3,62	3,97	4,32	4,66	4,97	5,27	5,56
11°	2,99	3,30	3,61	3,90	4,19	4,45	4,70	3,28	3,61	3,92	4,22	4,50	4,76	5,01
12°	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49
13°	2,40	2,64	2,87	3,09	3,30	3,51	3,71	2,64	2,88	3,11	3,33	3,54	3,74	3,95
14°	2,11	2,31	2,51	2,69	2,88	3,05	3,22	2,31	2,51	2,71	2,89	3,08	3,25	3,43
15°	1,76	1,93	2,09	2,25	2,40	2,55	2,69	1,93	2,10	2,26	2,42	2,57	2,72	2,86
16°	1,43	1,57	1,70	1,83	1,95	2,08	2,18	1,56	1,70	1,84	1,97	2,09	2,21	2,32
17°	1,09	1,20	1,30	1,39	1,48	1,57	1,65	1,20	1,31	1,41	1,50	1,59	1,68	1,77
18°	0,76	0,82	0,88	0,95	1,01	1,06	1,12	0,82	0,88	0,95	1,01	1,08	1,13	1,18
19°	0,39	0,42	0,45	0,49	0,52	0,55	0,57	0,42	0,46	0,49	0,52	0,55	0,58	0,61
20°														
21°	0,38	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,41	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
22°	0,78	0,84	0,90	0,96	1,02	1,07	1,13	0,84	0,90	0,96	1,02	1,08	1,14	1,19
23°	1,19	1,28	1,38	1,47	1,55	1,64	1,72	1,29	1,41	1,48	1,57	1,65	1,74	1,82
24°	1,60	1,72	1,83	1,95	2,06	2,18	2,29	1,73	1,85	1,96	2,08	2,19	2,31	2,42
25°	2,02	2,16	2,31	2,46	2,60	2,74	2,88	2,18	2,32	2,47	2,62	2,76	2,90	3,04
26°	2,44	2,62	2,79	2,96	3,12	3,28	3,43	2,53	2,81	2,97	3,15	3,31	3,47	3,62
27°	2,88	3,08	3,27	3,42	3,66	3,84	4,01	3,10	3,30	3,47	3,69	3,88	4,06	4,23
28°	3,31	3,54	3,78	4,00	4,22	4,44	4,64	3,56	3,79	4,03	4,25	4,47	4,69	4,89
29°	3,78	4,03	4,27	4,52	4,76	4,99	5,21	4,06	4,31	4,55	4,80	5,04	5,27	5,48
30°	4,24	4,51	4,80	5,08	5,36	5,61	5,86	4,54	4,82	5,11	5,39	5,66	5,91	6,16

Esempio numerico

Determinazione delle costanti del picnometro

<i>Calcoli</i>	<i>Esempio numerico</i>
1. Pesata del picnometro pieno d'aria Tara : picnometro pieno d'aria + p	$p = 104,9454 \text{ g}$
2. Pesata del picnometro pieno d'acqua pura alla temperatura ambiente $t^{\circ}\text{C}$ Tara: picnometro + acqua a $t^{\circ} + p'$	$\left\{ \begin{array}{l} t^{\circ} = 16^{\circ}20 \text{ C } p' = 1,1616 \text{ g} \\ t^{\circ} = 20^{\circ}50 \text{ C } p' = 1,2396 \text{ g} \\ t^{\circ} = 22^{\circ}30 \text{ C } p' = 1,2777 \text{ g} \end{array} \right.$
3. Calcolo della massa d'aria m contenuta nel picnometro pieno d'aria Praticamente, il volume del picnometro è uguale a $(p - p')$ con l'approssimazione del 5‰. Dunque: $m = 0,0012 (p - p')$	$\left\{ \begin{array}{l} m = 0,1244 \text{ g} \\ \text{Le altre due misure danno la stessa cifra con l'approssimazione di } 0,0001 \end{array} \right.$
4. Caratteristiche da tener presenti $p + m = \text{tara del picnometro vuoto}$	$\left\{ \begin{array}{l} p + m = 104,9454 + 0,1244 \\ \boxed{\text{tara del picnometro vuoto} = 105,0698 \text{ g}} \end{array} \right.$
$p + m - p' = \text{massa dell'acqua pura contenuta a } t^{\circ}\text{C nel picnometro (colonna 3)}$	$\left\{ \begin{array}{l} t^{\circ}\text{C} \quad t^{\circ}\text{C} \quad 3 \quad 4 \\ \text{letto} \quad \text{corretto}^{(1)} \\ 16,20 \quad 16,07 \quad 103,9082 \quad 104,0233 \\ 20,50 \quad 20,27 \quad 103,8302 \quad 104,0226 \\ 22,30 \quad 22,04 \quad 103,7921 \quad 104,0229 \end{array} \right.$
$(p + m - p') \times F = \text{volume del picnometro a } 20^{\circ}\text{C (colonna 4)}$	$\left\{ \begin{array}{l} \boxed{\text{volume a } 20^{\circ}\text{C del picnometro} = 104,0229 \text{ ml}} \end{array} \right.$
$(p + m - p') \times F \times 0,998\,203 = \text{massa dell'acqua pura contenuta a } 20^{\circ}\text{C nel picnometro}$	$\left\{ \begin{array}{l} \boxed{\text{massa dell'acqua pura a } 20^{\circ}\text{C} = 103,8360 \text{ g}} \end{array} \right.$

Determinazione della massa volumica di un vino secco

<i>Calcolo</i>	<i>Esempio numerico</i>
Tara = picnometro + vino a $t^{\circ}\text{C} + p''$	$\left\{ \begin{array}{l} t^{\circ}\text{C} = 18^{\circ},00 \\ t^{\circ}\text{C corretto} = 17^{\circ}80 \\ p'' = 1,2622 \text{ g} \end{array} \right.$
$\rho_{t^{\circ}} = \frac{p + m - p''}{\text{volume a } 20^{\circ}\text{C}}$	$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{17^{\circ}80} = \frac{105,0698 - 1,2622}{104,0229} \\ \rho_{17^{\circ}80} = 0,99793 \end{array} \right.$
Per calcolare ρ_{20} ci si riporta alla tabella II delle correzioni della temperatura per i vini secchi	$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{20} = 0,99793 - \frac{0,54}{1\,000} = 0,99739 \end{array} \right.$

⁽¹⁾ Correzione del termometro.

1.4. PRIMO METODO USUALE

Areometria — Apparecchi

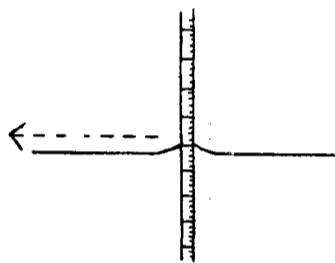
Gli apparecchi devono rispondere alle caratteristiche seguenti: essi debbono avere una carena cilindrica ed uno stelo di sezione circolare di almeno 3 millimetri di diametro. Per i vini secchi, essi devono essere graduati da 0,9830 a 1,0030, in millesimi e quinti di millesimo. Ogni millesimo deve essere distante di almeno 5 millimetri dal millesimo successivo. Per la misura della densità dei vini dealcolizzati, dei vini dolci e dei mosti, si userà una serie di 5 areometri, graduati da 1,0000 a 1,0300; 1,0300 a 1,0600; 1,0600 a 1,0900; 1,0900 a 1,1200; 1,1200 a 1,1500. Questi apparecchi saranno graduati in masse volumiche a 20 °C in millesimi e mezzi millesimi almeno, ogni millesimo dev'essere distante di almeno 3 mm dal millesimo seguente.

Questi areometri devono essere graduati in modo da esser letti alla « sommità del menisco ». Per evitare ogni confusione con gli areometri graduati a 15 °C che devono essere letti a livello della superficie liquida piana, l'indicazione della graduazione in massa volumica a 20 °C e della lettura alla « sommità del menisco » sarà riportata sia sulla scala graduata, sia su una striscia di carta inclusa nella carena.

Questi apparecchi debbono essere controllati da un servizio di Stato.

Il risultato sarà espresso con 4 cifre decimali, con l'approssimazione di ± 3 unità del quarto ordine decimale ($\pm 0,0003$).

Termometro: Si deve utilizzare un termometro di precisione graduato almeno in 0,5 °C.

**Modo di operare**

In una provetta cilindrica di 36 millimetri di diametro interno e di 320 millimetri di altezza, mantenuta verticale mediante un idoneo supporto, si pongono 250 millilitri di vino, nel quale si introducono l'areometro ed il termometro.

La lettura del termometro è fatta un minuto dopo aver agitato, per ottenere l'uguaglianza fra le temperature della provetta, del vino, dell'areometro e del termometro. Si toglie il termometro e si legge la massa volumica apparente a t° sullo stelo dell'areometro dopo un minuto di riposo.

La massa volumica a 20 ° è poi corretta dell'azione della temperatura, mediante tabelle che si applicano ai casi dei vini secchi (tabella V), dei mosti (tabella VI) e dei vini contenenti zucchero (tabella VII) ⁽¹⁾.

La massa volumica è infine corretta dell'azione dell'anidride solforosa e dell'antisettico eventualmente aggiunto per stabilizzare il campione all'atto del prelevamento, in modo analogo a quello descritto per il metodo di riferimento.

⁽¹⁾ In queste tabelle, la correzione C è data con due decimali per poter essere utilizzata qualora si dovesse misurare la massa volumica con un picnometro in vetro ordinario. In areometria, la correzione C deve essere espressa con un solo decimale.

TABELLA VII

Tabella delle correzioni C per la temperatura sulla massa volumica dei vini di 13% vol o più misurate mediante areometro o picnometro in vetro ordinario a t° per ricondurla a 20 °C

$$Q_{20} = Q_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - & \text{se } t^\circ \text{ è inferiore a } 20^\circ \text{C} \\ + & \text{se } t^\circ \text{ è superiore a } 20^\circ \text{C} \end{cases}$$

Temperature	Vino a 13 % vol							Vino a 15 % vol							Vino a 17 % vol						
	masse volumiche							masse volumiche							masse volumiche						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,24	2,58	2,93	3,27	3,59	3,89	4,18	2,51	2,85	3,20	3,54	3,86	4,02	4,46	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	4,74
11°	2,06	2,37	2,69	2,97	3,26	3,53	3,78	2,31	2,61	2,93	3,21	3,51	3,64	4,02	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	4,28
12°	1,87	2,14	2,42	2,67	2,94	3,17	3,40	2,09	2,36	2,64	2,90	3,16	3,27	3,61	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	3,84
13°	1,69	1,93	2,14	2,37	2,59	2,80	3,00	1,88	2,12	2,34	2,56	2,78	2,88	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	3,39
14°	1,49	1,70	1,90	2,09	2,27	2,44	2,61	1,67	1,86	2,06	2,25	2,45	2,51	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	2,94
15°	1,25	1,42	1,59	1,75	1,90	2,05	2,19	1,39	1,56	1,72	1,88	2,03	2,11	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	2,47
16°	1,03	1,17	1,30	1,43	1,55	1,67	1,78	1,06	1,27	1,40	1,53	1,65	1,77	1,88	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	2,00
17°	0,80	0,90	1,00	1,09	1,17	1,27	1,36	0,87	0,98	1,08	1,17	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,52
18°	0,54	0,61	0,68	0,75	0,81	0,86	0,92	0,60	0,66	0,73	0,80	0,86	0,91	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	1,03
19°	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,32	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,53
20°																					
21°	0,29	0,32	0,35	0,39	0,42	0,45	0,47	0,32	0,35	0,38	0,42	0,45	0,48	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53
22°	0,57	0,64	0,70	0,76	0,82	0,88	0,93	0,63	0,69	0,75	0,81	0,87	0,93	0,98	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04
23°	0,89	0,98	1,08	1,17	1,26	1,34	1,43	0,97	1,06	1,16	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,59
24°	1,22	1,34	1,44	1,56	1,68	1,79	1,90	1,32	1,44	1,54	1,66	1,78	1,89	2,00	1,43	1,55	1,65	1,77	1,89	2,00	2,11
25°	1,61	1,68	1,83	1,98	2,12	2,26	2,40	1,66	1,81	1,96	2,11	2,25	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	2,66
26°	1,87	2,05	2,22	2,40	2,56	2,71	2,87	2,02	2,20	2,37	2,54	2,70	2,85	3,01	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	3,17
27°	2,21	2,42	2,60	2,80	3,00	3,18	3,35	2,39	2,59	2,78	2,98	3,17	3,35	3,52	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	3,71
28°	2,56	2,80	3,02	3,25	3,47	3,67	3,89	2,75	2,89	3,22	3,44	3,66	3,86	4,07	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	4,30
29°	2,93	3,19	3,43	3,66	3,91	4,14	4,37	3,16	3,41	3,65	3,89	4,13	4,36	4,59	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	4,82
30°	3,31	3,57	3,86	4,15	4,41	4,66	4,92	3,55	3,81	4,10	4,38	4,66	4,90	5,16	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	5,42

Temperature	Vino a 19 % vol							Vino a 21 % vol						
	masse volumiche							masse volumiche						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,14	3,48	3,83	4,17	4,48	4,78	5,07	3,50	3,84	4,19	4,52	4,83	5,12	5,41
11°	2,87	3,18	3,49	3,78	4,06	4,32	4,57	3,18	3,49	3,80	4,09	4,34	4,63	4,88
12°	2,58	2,86	3,13	3,39	3,65	3,88	4,10	2,86	3,13	3,41	3,67	3,92	4,15	4,37
13°	2,31	2,55	2,77	2,99	3,20	3,41	3,61	2,56	2,79	3,01	3,23	3,44	3,65	3,85
14°	2,03	2,23	2,43	2,61	2,80	2,96	3,13	2,23	2,43	2,63	2,81	3,00	3,16	3,33
15°	1,69	1,86	2,02	2,18	2,33	2,48	2,62	1,86	2,03	2,19	2,35	2,50	2,65	2,80
16°	1,38	1,52	1,65	1,78	1,90	2,02	2,13	1,51	1,65	1,78	1,91	2,03	2,15	2,26
17°	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,53	1,62	1,15	1,25	1,35	1,45	1,54	1,63	1,71
18°	0,73	0,79	0,85	0,92	0,98	1,03	1,09	0,79	0,85	0,92	0,98	1,05	1,10	1,15
19°	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,52	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
20°														
21°	0,37	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
22°	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04	1,10	0,81	0,88	0,94	1,00	1,06	1,10	1,17
23°	1,15	1,30	1,34	1,43	1,51	1,60	1,68	1,25	1,34	1,44	1,63	1,61	1,70	1,78
24°	1,55	1,67	1,77	1,89	2,00	2,11	2,23	1,68	1,80	1,90	2,02	2,13	2,25	2,36
25°	1,95	2,09	2,24	2,39	2,53	2,67	2,71	2,11	2,25	2,40	2,55	2,69	2,83	2,97
26°	2,36	2,54	2,71	2,89	3,04	3,20	3,35	2,55	2,73	2,90	3,07	3,22	3,38	3,54
27°	2,79	2,99	3,18	3,38	3,57	3,75	3,92	3,01	3,20	3,40	3,59	3,78	3,96	4,13
28°	3,20	3,44	3,66	3,89	4,11	4,32	4,53	3,46	3,69	3,93	4,15	4,36	4,58	4,77
29°	3,66	3,92	4,15	4,40	4,64	4,87	5,08	3,95	4,20	4,43	4,68	4,92	5,15	5,36
30°	4,11	4,37	4,66	4,94	5,22	5,46	5,71	4,42	4,68	4,97	5,25	5,53	5,77	6,02

CONVERSIONE DELLA DENSITÀ RELATIVA IN MASSA VOLUMICA

TABELLA VIII

Calcolo della massa volumica ρ_{20} a partire dalla densità relativa 20/20 e viceversa (*)

$$\rho_{20} = 0,998203 \cdot d_{20/20}; \quad d_{20/20} = 1,001800 \cdot \rho_{20}$$

$$\text{Più semplicemente: } \rho_{20} = d_{20/20} - \frac{c}{1\,000}$$

Densità	0,960	0,980	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100
Correzioni c	1,73	1,76	1,80	1,84	1,87	1,91	1,94	1,98
Densità	1,120	1,140	1,160	1,180	1,200	1,220	1,240	1,260
Correzioni c	2,02	2,05	2,09	2,12	2,16	2,20	2,23	2,27
Densità	—	1,280	1,300	1,320	1,340	1,360	1,380	1,400
Correzioni c	—	2,30	2,34	2,38	2,41	2,45	2,48	2,52

CORRISPONDENZA FRA LE DENSITÀ CORRETTE DELLA SPINTA DELL'ARIA E LE DENSITÀ NON CORRETTE DI TALE SPINTA, E VICEVERSA

TABELLA IX

Trasformazione delle densità misurate nell'aria in densità misurate nel vuoto

$$d(\text{vuoto}) = d(\text{aria}) + \frac{c}{1\,000}, \text{ valevole per } 15^\circ\text{C e } 20^\circ\text{C}$$

d	c	d	c
0,80	0,24	1,01	— 0,01
0,81	0,23	1,02	— 0,02
0,82	0,22	1,03	— 0,04
0,83	0,20	1,04	— 0,05
0,84	0,19	1,05	— 0,06
0,85	0,18	1,06	— 0,07
0,86	0,17	1,07	— 0,08
0,87	0,16	1,08	— 0,10
0,88	0,15	1,09	— 0,11
0,89	0,13	1,10	— 0,12
0,90	0,12	1,11	— 0,13
0,91	0,11	1,12	— 0,15
0,92	0,10	1,13	— 0,16
0,93	0,09	1,14	— 0,17
0,94	0,07	1,15	— 0,18
0,95	0,06	1,16	— 0,19
0,96	0,05	1,17	— 0,20
0,97	0,04	1,18	— 0,22
0,98	0,02	1,19	— 0,23
0,99	0,01	1,20	— 0,24

(*) Le densità $15/4^\circ$ e $20/4^\circ$ sono praticamente uguali alle masse volumiche a 15° e a 20° . A rigore esse ne differiscono di $27 \cdot 10^{-6}$, poiché la massa volumica dell'acqua a 4° è uguale a $0,999973 \text{ g/ml}$ o g/cm^3 (il millilitro è attualmente definito come uguale ad 1 cm^3).

Dunque $\rho_{20} = 0,998\,203 \cdot d_{20/20}$ ($d_{20/20} = 1,001\,800 \cdot \rho_{20}$),

mentre $d_{20/4} = 0,998\,230 \cdot d_{20/20}$ ($d_{20/20} = 1,001\,773 \cdot d_{20/4}$).

analogamente $d_{15/4} = 0,999\,13 \cdot d_{15/15}$ ($d_{15/15} = 1,000\,870 \cdot d_{15/4}$).

1.5. COMPLEMENTO AL METODO DI RIFERIMENTO: PICNOMETRIA SU BILANCIA AD UN SOLO PIATTO

Principio

Il metodo di riferimento per la determinazione della massa volumica dei mosti e dei vini e per la determinazione del titolo alcolometrico dei vini prevede l'utilizzazione di una bilancia a due piatti, di un picnometro e di un pallone tara di uguale volume esterno per annullare la spinta dell'aria in qualunque momento. Questa semplice tecnica può essere applicata con una bilancia ad un solo piatto, previa pesata supplementare del pallone tara per seguire le variazioni della spinta dell'aria nel tempo:

- al momento in cui si stabiliscono le costanti del picnometro (peso del picnometro vuoto e volume a 20 °C) si determina il peso T_0 del pallone tara;
- al momento della determinazione di una massa volumica si determina di nuovo il peso T_1 del pallone tara, ed al peso del picnometro pieno di liquido si apporta una correzione pari al valore algebrico della differenza fra T_0 e T_1 . Il seguito dei calcoli rimane invariato.

Modo di operare

1. Taratura del picnometro

Stabilire una volta per tutte le seguenti caratteristiche del picnometro:

- il suo peso vuoto d'aria, P_0 ;
- il suo volume a 20 °C, V_{20} ;
- nello stesso tempo, annotare esattamente il peso del pallone tara T_0 .

Il peso del pallone tara T_0 è ottenuto per semplice pesata con l'approssimazione di 0,1 mg.

Il peso del picnometro vuoto d'aria P_0 è il peso P del picnometro pulito, secco e pieno d'aria, diminuito della massa m dell'aria che esso contiene. La massa m dell'aria è ottenuta moltiplicando la massa volumica dell'aria per il volume del picnometro. In condizioni medie di temperatura e di pressione, si può adottare per la massa volumica dell'aria il valore di 0,0012 g/ml, d'altra parte, per il calcolo di m , si può considerare che il volume del picnometro sia numericamente uguale a $(P_1 - P)$, ove P_1 è il peso del picnometro pieno d'acqua (rilevato al momento della determinazione dell'equivalente in acqua del picnometro) a t °C.

Dunque: $P_0 = P - m$, dove $m = 0,0012 (P_1 - P)$.

Per ottenere il volume a 20 °C del picnometro, determinare il peso P_1 del picnometro pieno di acqua degassata e portato a segno a t °C. Questa temperatura dev'essere misurata con l'approssimazione di 0,02 °C.

La massa M_t dell'acqua a t °C contenuta nel picnometro è uguale a:

$$M_t = P_1 - P_0$$

Moltiplicando M_t per il fattore F (prodotto dell'inverso della massa volumica dell'acqua a t °C per il rapporto dei volumi del picnometro a t °C e a 20 °C) dato nella tabella 1 (pagina 5), si ottiene il volume del picnometro a 20 °C:

$$V_{20} = F(P_1 - P_0)$$

2. Determinazione di una massa volumica

Al momento della determinazione, si pesa semplicemente il pallone tara con l'approssimazione di 0,1 mg: sia T_1 questo peso.

Si pesa successivamente il picnometro pieno di liquido (mosto, vino o distillato) a t °C: sia P_2 .

Si calcola allora la differenza $dT = T_1 - T_0$ che rappresenta la variazione della spinta dell'aria.

La massa L_t del liquido contenuto nel picnometro a t °C è uguale a $L_t = P_2 - (P_0 + dT)$.

È evidentemente necessario rispettare il segno di dT .

La massa volumica apparente ρ_t è uguale al rapporto di L_t rispetto a V_{20} :

$$\rho_t = \frac{P_2 - (P_0 + dT)}{V_{20}}$$

Conoscendo la massa volumica apparente a t °C si determina la massa volumica a 20 °C del liquido studiato: vino secco, mosto naturale e concentrato, vino dolce, residuo senz'alcool come è indicato a pagina 5.

Esempio numerico

1. Taratura del picnometro

Peso del pallone tara:	$T_0 = 171,9160$
Peso del picnometro pieno d'aria:	$P = 67,7913$
Peso del picnometro pieno d'acqua a 21,65 °C:	$P_1 = 169,2715$
Massa d'aria contenuta nel picnometro:	$m = 0,0012 (169,2715 - 67,7913) = 0,1218$
Peso del picnometro vuoto:	$P_0 = 67,7913 - 0,1218 = 67,6695$
Volume del picnometro a 20 °C:	$V_{20}^{\circ C} = 1,002140 (169,2715 - 67,6695)$ $= 101,8194 \text{ ml oppure } 0,1018194 \text{ dm}^3$

2. Determinazione della massa volumica apparente di un vino

Peso del pallone tara al momento della determinazione:	$T_1 = 171,9178$
Picnometro pieno di vino a 18 °C:	$P_2 = 169,2799$
Variazione della spinta dell'aria:	$dT = 171,9178 - 171,9160$ $= + 0,0018$
Massa del vino a 18 °C:	$L_t = 169,2799 - (67,6695 + 0,0018)$ $= 101,6086$
Massa volumica apparente del vino a 18 °C:	$\rho_{18}^{\circ C} = \frac{101,6086}{101,8194} = 0,99793 \text{ g/ml}$

3. Calcolo della massa volumica a 20 °C

Procedere come indicato a pagina 5.

SECONDO METODO USUALE

Densimetria per mezzo della bilancia idrostatica**Apparecchi e taratura del galleggiante**

La bilancia idrostatica, con portata massima di 100 g almeno deve essere sensibile a 1/10 di mg.

Sotto ciascun piatto è fissato un galleggiante di vetro pirex ⁽¹⁾ di un volume di almeno 20 ml. Un volume di 50 o 100 ml è preferibile. Questi due galleggianti identici devono essere sospesi con un filo di diametro inferiore o uguale a 0,1 mm. Il galleggiante sospeso sotto il piatto di destra deve poter essere introdotto in una provetta cilindrica munita di un segno di affondamento. Questa provetta deve avere un diametro interno maggiore di almeno 6 mm di quello del galleggiante. Quest'ultimo deve poter essere contenuto per intero nel volume della provetta situato al di sotto del segno di riferimento, mentre la superficie del liquido da misurare deve essere attraversata soltanto dal filo di sospensione. La temperatura del liquido contenuto nella provetta è misurata con un termometro graduato in quinti di grado.

Taratura dell'apparecchio

Con i due galleggianti nell'aria, si stabilisce l'equilibrio collocando sul piatto di destra pesi controllati p.

Si riempie la provetta di acqua pura fino al segno di riferimento, si misura la temperatura t °C dopo agitazione e riposo di 2—3 minuti. Si ristabilisce l'equilibrio per mezzo dei pesi controllati collocati sul piatto di destra, siano p' questi pesi.

Il volume del galleggiante a 20 °C è uguale a ⁽²⁾: $V_{20} = (p' - p) (F + 0,0012)$

⁽¹⁾ Si possono utilizzare galleggianti di vetro ordinario; quello destinato ad essere immerso nel liquido di cui si misura la massa volumica può portare un termometro per la misura della temperatura del liquido. Ma in questo caso, la taratura del galleggiante deve essere effettuata a 20 °C, perché i coefficienti F non sono stati calcolati per dei recipienti o dei galleggianti di vetro ordinario, il cui coefficiente di dilatazione è più elevato che quello del vetro pyrex.

⁽²⁾ Questo volume è apparente perché non è stato tenuto conto della pressione dell'aria sui pesi controllati. È preferibile conservare questo volume apparente per non dover introdurre una correzione della stessa natura, ma inversa, sulla pesata principale. Si può ottenere il volume reale moltiplicando V_{20} per 0,999857.

F è il fattore dato dalla tabella I.

p e V_{20} sono le caratteristiche del galleggiante, che non variano con la pressione dell'aria, essendo questa compensata dal galleggiante-tara del piatto sinistro.

Modo di operare

Il galleggiante di destra è immerso nella provetta riempita di vino (o di mosto) fino al segno di riferimento. Siano t °C la temperatura del vino (o del mosto) e p'' i pesi controllati necessari a ristabilire l'equilibrio.

La massa volumica apparente ρ_t è data dalla formula:

$$\rho_t = \frac{p'' - p}{V} + 0,0012$$

Si riporta questa massa volumica a 20 °C mediante una delle tabelle II, III e IV, se il galleggiante è di vetro pirex o mediante una delle tabelle V, VI o VII se il galleggiante è di vetro ordinario.

L'uso di una bilancia idrostatica automatica è autorizzato se il suo uso conduce alla conoscenza della massa volumica a 20 °C con la stessa precisione.

2. TITOLO ALCOLOMETRICO VOLUMICO

(Grado alcolico volumetrico)

2.1. DEFINIZIONE

Il titolo alcolometrico volumico effettivo è espresso dal simbolo « % vol ». Essa è uguale al numero di litri di alcole etilico ⁽¹⁾ contenuti in 100 litri di prodotto; detti volumi si intendono misurati alla temperatura di 20 °C ⁽²⁾.

2.2. PRINCIPIO DEI METODI

a) Per i vini

aa) Metodi di riferimento: doppia distillazione e misura della densità del distillato per picnometria. Grado determinato con un'approssimazione di 0,05 % vol.

bb) Metodi usuali:

— primo metodo usuale: distillazione semplice del liquido alcalinizzato e misura del grado per areometria. Grado determinato con l'approssimazione di 0,1 % vol;

— secondo metodo usuale: distillazione semplice di liquido alcalinizzato e misura del grado per mezzo della bilancia idrostatica. Grado determinato con approssimazione di 0,01 % vol.

b) Per i mosti e i mosti parzialmente fermentati aventi un titolo alcolometrico volumico effettivo uguale od inferiore a 6 % vol

aa) Metodo di riferimento: metodo di dosaggio chimico dell'alcole;

bb) Il metodo usuale è quello indicato sub a) bb).

2.3. METODO DI RIFERIMENTO PER I VINI — APPARECCHI

1. Apparecchio di distillazione — Esso si compone di un pallone da 1 000 ml, a smerigliatura normalizzata, sormontato da una colonna di rettifica Junga 20 cm, od, in mancanza di essa, da una « pera » di Kieldahl per impedire il trascinarsi di goccioline. Per evitare la pirogenazione delle sostanze estrattive, tale pallone, riscaldato a gas, deve essere posto su un disco recante un foro di 8 cm di diametro. Il vapore è condotto in un refrigerante di West ⁽³⁾ posto verticalmente. Il distillato viene diretto verso il fondo del pallone ricevitore mediante un tubo affilato. D'estate, questo pallone deve essere immerso in acqua ghiacciata.

Si può utilizzare qualunque altro modello di apparecchio di distillazione e qualunque altro modo di ritenzione dei vapori di alcole, od impiegare il trascinarsi col vapor d'acqua per distillare l'alcole, a condizione che l'apparecchio utilizzato secondo il metodo adottato risponda al saggio seguente: 200 ml di miscela idroalcolica a 10 % vol, distillata 5 volte di seguito, deve presentare un titolo alcolometrico di almeno 9,9 % vol dopo l'ultima distillazione, vale a dire che nel corso di una distillazione non si deve perdere una quantità d'alcole superiore a 0,02 ° % vol.

2. Picnometro — Questo apparecchio è identico a quello indicato per la misura della massa volumica: la tara deve avere una massa appena superiore (di 1 o 2 g al massimo) a quella del picnometro pieno d'acqua. Esso è tarato nel modo indicato per tale misura (vedi pagina 3).

Modo di operare

I vini giovani o spumanti sono innanzitutto privati della maggior quantità del loro gas carbonico agitando 250 ml di vino in un matraccio da 500 ml previamente siliconato all'interno con 3 gocce di soluzione all'1 % ed essicato.

1. Distillazione — In un matraccio tarato da 200 ml, il cui collo misuri al massimo 12 mm di diametro interno, misurare il vino da analizzare, prendendo nota della sua temperatura. Si può, senza inconvenienti, impiegare un volume minore o maggiore di vino, ma almeno uguale a 150 ml.

⁽¹⁾ Poiché, nella pratica, non si separa esattamente l'alcole etilico dai suoi omologhi che esistono in piccola quantità nel vino, l'insieme degli alcoli volatili sarà misurato come alcole etilico. Analogamente, l'alcole degli esteri è compreso nel titolo alcolometrico volumico

⁽²⁾ Si può anche esprimere la quantità di alcole in grammi per litro a 20 °C moltiplicando il titolo alcolometrico volumico per il fattore 7,8924.

⁽³⁾ Questo refrigerante è costituito da un cilindro di vetro sottile situato in un manicotto di vetro il cui diametro interno è superiore di un solo millimetro al diametro esterno del cilindro da refrigerare. In tal modo l'acqua fredda può circolare rapidamente a contatto della parete da refrigerare.

Versare questo vino nel pallone dell'apparecchio, dove si saranno posti una decina di frammenti di materiale poroso inerte (porcellana non smaltata, vetro sinterizzato, pietra pomice, ecc.). Risciacquare 4 volte il pallone con 5 ml d'acqua. Aggiungere 10 ml di latte di calce contenente 120 g di CaO per litro. La sostanza colorante del vino deve virare per effetto dell'alcalinità. Nel caso dei vini molto acidi, spunti, ecc., aggiungere calce fino a reazione nettamente alcalina alla fenolftaleina (saggio alla tocca). Raccogliere il distillato in un pallone da 200 ml, ove si saranno posti 10 ml circa di acqua pura nella quale deve pescare il tubo affilato terminale del refrigerante.

Il volume da raccogliere dev'essere uguale ai 3/4 circa del volume iniziale. Ridistillare questo distillato, aggiungendo però nel pallone 1 ml di acido solforico al 10% più i frammenti di materiale poroso inerte secco necessari per attivare la distillazione, e risciacquando ancora 4 volte il pallone con 5 ml di acqua.

Raccogliere questo nuovo distillato nello stesso pallone utilizzato per la misura del volume impiegato, nel quale si saranno posti anche 10 ml di acqua distillata. Dopo agitazione, portare a segno a una temperatura identica a quella iniziale, con l'approssimazione di $\pm 2^\circ\text{C}$.

2. Misura della massa volumica del distillato — Riempire con cura il picnometro con il distillato alla temperatura ambiente; porre il picnometro in ambiente termicamente isolato; agitare il liquido capovolgendo due o tre volte, finché la temperatura letta al termometro sia costante. Livellare esattamente al bordo superiore del tubo laterale. Asciugare detto tubo laterale; applicare il tappo ricevitore, annotare la temperatura t° con la stessa cura precedentemente impiegata ed asciugare accuratamente il picnometro. Pesare quest'ultimo: sia p'' il peso che realizza l'equilibrio.

La differenza $(p + m - p'')$ fra la tara corretta e la massa p'' dà la massa del liquido contenuto nell'apparecchio (corretta per la spinta dell'aria).

Si calcola allora la massa volumica apparente q_t dividendo questa massa per il volume a 20°C .

3. Uso della tabella delle masse volumiche apparenti q_t delle miscele idroalcoliche dedotta dalla tabella internazionale — Nella tabella, cercare sulla linea orizzontale corrispondente alla temperatura intera immediatamente inferiore a t° la più piccola massa volumica superiore a q_t . Utilizzare la differenza tabulare letta sotto tale massa volumica per calcolare la massa volumica q alla temperatura intera considerata.

Sulla linea di detta temperatura intera, leggere la differenza fra la massa volumica q' della tabella immediatamente superiore a q e la massa volumica calcolata. Questa differenza va divisa per la differenza tabulare letta a destra della massa volumica q' . Il quoziente dà la parte decimale del titolo alcolometrico, mentre la parte intera del grado stesso è indicata in testa alla colonna ove figura la massa volumica q' .

Avvertenza:

Si può evitare ogni calcolo al momento delle misure quotidiane costruendo una volta per tutte una tabella particolare per ciascun picnometro, che dia i pesi p'' che ristabiliscono l'equilibrio della bilancia per ogni titolo alcolometrico e per ogni temperatura (per gradi interi). Questa tabella è calcolata con l'aiuto della tabella delle masse volumiche apparenti per titolo alcolometrico e per gradi di temperatura interi, moltiplicando le masse volumiche della tabella per il volume del picnometro a 20°C e detraendo queste masse dal peso $(p + m)$. Da questa tabella, calcolata per ogni titolo alcolometrico ed ogni grado di temperatura interi, si potranno dedurre per interpolazione aritmetica i pesi p'' per decimi di titolo alcolometrico e decimi di grado di temperatura, se ciò è giudicato utile.

Esempio di calcolo del titolo alcolometrico di un vino

Le costanti del picnometro sono state determinate e calcolate come è indicato al capitolo « massa volumica e densità ».

*Calcoli**Esempio numerico*

1. Pesata del picnometro pieno di distillato

$$\text{Tara} = \text{picnometro} + \text{distillato a } t^{\circ}\text{C} + p''$$

$$p + m - p'' = \text{massa del distillato a } t^{\circ}\text{C}$$

Massa volumica apparente a $t^{\circ}\text{C}$

$$q_t = \frac{p + m - p''}{\text{volume del picnometro a } 20^{\circ}}$$

2. Calcolo del titolo alcolometrico

Riferirsi alla tabella delle masse volumiche apparenti dei miscugli idroalcolici a differenti temperature, come indicato più sopra

$$\left. \begin{array}{l} t^{\circ}\text{C} = 18^{\circ},90 \text{ C} \\ t^{\circ}\text{C corretto} = 18^{\circ},70 \text{ C} \\ p'' = 2,8074 \text{ g} \end{array} \right\}$$

$$105,0698 - 2,8074 = 102,2624 \text{ g}$$

$$\left. \begin{array}{l} q_{18^{\circ}70} = \frac{102,2624}{104,0229} = 0,983076 \end{array} \right\}$$

Sulla linea 18°C della tabella delle masse volumiche apparenti, la più piccola massa superiore alla massa osservata $0,983076$ e $0,98398$ nella colonna $11\% \text{ vol.}$

$$\left. \begin{array}{l} \text{La massa volumica a } 18^{\circ}\text{C è:} \\ (98307,6 + 0,7 \times 22) 10^{-5} = 0,98323 \\ 0,98398 - 0,98323 = 0,00075 \end{array} \right\}$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{La parte decimale del titolo alcolometrico è} \\ 75/116 = 0,65 \end{array} \right\}$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{Il titolo alcolometrico è } 11,65\% \text{ vol} \end{array} \right\}$$

TITOLO ALCOLOMETRICO INTERNAZIONALE A 20 °C

Tabella delle masse volumiche apparenti di miscele idroalcoliche misurate con picnometro in vetro pyrex — Masse volumiche a t°, corrette della spinta dell'aria

Titolo alcolometrico volumico in % -vol

Temperature	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
	0	0,70	0,70	0,70	0,69	0,69	0,71	0,71	0,71	0,71	0,72	0,72	0,75	0,75	0,77	0,77	0,80	0,80	0,83	0,83	0,87	0,87	0,90	0,90
1	0,14	0,17	0,17	0,17	0,19	0,19	0,22	0,22	0,24	0,24	0,26	0,26	0,29	0,29	0,31	0,31	0,34	0,34	0,36	0,36	0,39	0,39	0,41	0,41
2	0,16	0,18	0,18	0,18	0,20	0,20	0,23	0,23	0,25	0,25	0,28	0,28	0,30	0,30	0,32	0,32	0,34	0,34	0,37	0,37	0,39	0,39	0,41	0,41
3	0,17	0,19	0,19	0,19	0,21	0,21	0,24	0,24	0,26	0,26	0,28	0,28	0,31	0,31	0,33	0,33	0,36	0,36	0,38	0,38	0,40	0,40	0,42	0,42
4	0,18	0,20	0,20	0,20	0,22	0,22	0,25	0,25	0,27	0,27	0,29	0,29	0,31	0,31	0,34	0,34	0,36	0,36	0,38	0,38	0,40	0,40	0,43	0,43
5	0,19	0,21	0,21	0,21	0,23	0,23	0,26	0,26	0,27	0,27	0,30	0,30	0,33	0,33	0,35	0,35	0,37	0,37	0,39	0,39	0,42	0,42	0,44	0,44

Temperature	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
	1,08	1,08	1,08	1,08	1,09	1,09	1,10	1,10	1,11	1,11	1,14	1,14	1,15	1,15	1,17	1,17	1,20	1,20	1,23	1,23	1,26	1,26	1,29	1,29
20	0,36	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,40	0,40	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53
21	0,36	0,37	0,37	0,37	0,40	0,40	0,41	0,41	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,45	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54
22	0,37	0,39	0,39	0,39	0,40	0,40	0,42	0,42	0,43	0,43	0,45	0,45	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,53	0,53	0,55	0,55
23	0,38	0,40	0,40	0,40	0,41	0,41	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,45	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54
24	0,39	0,40	0,40	0,40	0,41	0,41	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,45	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54
25	0,40	0,41	0,41	0,41	0,42	0,42	0,44	0,44	0,46	0,46	0,47	0,47	0,49	0,49	0,50	0,50	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54	0,57	0,57
26	0,40	0,42	0,42	0,42	0,43	0,43	0,45	0,45	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,59	0,59
27	0,41	0,43	0,43	0,43	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,50	0,50	0,52	0,52	0,54	0,54	0,55	0,55	0,57	0,57	0,59	0,59
28	0,42	0,43	0,43	0,43	0,45	0,45	0,47	0,47	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,54	0,54	0,56	0,56	0,57	0,57	0,59	0,59	0,61	0,61
29	0,44	0,45	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,54	0,54	0,56	0,56	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62
30	0,44	0,45	0,45	0,45	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54	0,56	0,56	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62
31	0,44	0,46	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,50	0,50	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62
32	0,45	0,46	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53	0,55	0,55	0,57	0,57	0,59	0,59	0,61	0,61	0,63	0,63
33	0,46	0,47	0,47	0,47	0,49	0,49	0,50	0,50	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62	0,64	0,64
34	0,46	0,48	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54	0,55	0,55	0,57	0,57	0,59	0,59	0,61	0,61	0,63	0,63	0,65	0,65
35	0,47	0,48	0,48	0,48	0,50	0,50	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62	0,64	0,64	0,66	0,66
36	0,48	0,49	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53	0,55	0,55	0,56	0,56	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62	0,64	0,64	0,66	0,66
37	0,49	0,50	0,50	0,50	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,57	0,57	0,59	0,59	0,61	0,61	0,63	0,63	0,65	0,65	0,67	0,67
38	0,49	0,50	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,57	0,57	0,59	0,59	0,61	0,61	0,63	0,63	0,65	0,65	0,67	0,67
39	0,49	0,51	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54	0,55	0,55	0,57	0,57	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62	0,64	0,64	0,66	0,66	0,68	0,68
40	0,49	0,51	0,51	0,51	0,52	0,52	0,54	0,54	0,55	0,55	0,57	0,57	0,58	0,58	0,60	0,60	0,62	0,62	0,64	0,64	0,66	0,66	0,68	0,68

TITOLO ALCOLOMETRICO INTERNAZIONALE A 20 °C

Tabella delle masse volumiche apparenti di miscele idroalcoliche misurate con picnometro in vetro pyrex — Masse volumiche a t°, corrette della spinta dell'aria

Titolo alcolometrico volumico in % vol

		0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
Temperature	0	999,34	1,52	997,82	1,45	996,37	1,39	994,98	1,35	993,63	1,29	992,34	1,24	991,10	1,18	989,92	1,15	988,77	1,09	987,68	1,05	986,63	1,00	985,63	0,96
	1	+ 0,09		+ 0,09		+ 0,09		+ 0,08		+ 0,08		+ 0,08		+ 0,07		+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,02	
	2	+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,06		+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01	
	3	+ 0,05		+ 0,05		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,04		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01	
	4	+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,03		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01		0,00		0,00		0,01		0,01	
	5	+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,02		+ 0,01				0,00		0,00		0,00		0,02		0,02	
	6	0,00		0,00		0,00		0,01		0,01		0,01		0,01		0,02		0,03		0,03		0,04		0,06	
	7	0,01		0,01		0,01		0,01		0,01		0,02		0,02		0,02		0,03		0,04		0,05		0,06	
	8	0,03		0,03		0,03		0,03		0,04		0,04		0,04		0,05		0,06		0,07		0,08		0,08	
	9	0,04		0,04		0,04		0,04		0,04		0,04		0,05		0,06		0,06		0,08		0,08		0,08	
	10	0,06		0,06		0,06		0,06		0,06		0,07		0,07		0,07		0,08		0,09		0,10		0,11	
	11	0,07		0,07		0,07		0,07		0,07		0,07		0,07		0,08		0,09		0,10		0,11		0,11	
	12	0,09		0,09		0,09		0,09		0,09		0,09		0,10		0,11		0,11		0,12		0,12		0,13	
	13	0,11		0,11		0,11		0,11		0,11		0,12		0,12		0,13		0,13		0,14		0,14		0,15	
	14	0,12		0,12		0,12		0,12		0,12		0,12		0,13		0,13		0,14		0,14		0,14		0,15	
	15																								
	16	0,13		0,13		0,13		0,13		0,14		0,14		0,14		0,15		0,15		0,17		0,17		0,18	
	17	0,14		0,14		0,14		0,14		0,14		0,15		0,15		0,15		0,16		0,17		0,18		0,19	
	18	0,15		0,15		0,16		0,16		0,16		0,16		0,17		0,17		0,18		0,18		0,19		0,20	
	19	0,17		0,16		0,16		0,16		0,16		0,16		0,17		0,18		0,18		0,19		0,19		0,21	
	20	0,18		0,18		0,18		0,18		0,19		0,19		0,19		0,20		0,21		0,21		0,22		0,23	
Temperature	20	998,20	1,50	996,70	1,47	995,23	1,42	993,81	1,40	992,41	1,35	991,06	1,33	989,73	1,30	988,43	1,27	987,16	1,24	985,92	1,21	984,71	1,19	983,52	1,17
	21	0,19		0,19		0,19		0,19		0,20		0,20		0,21		0,21		0,22		0,22		0,23		0,23	
	22	0,20		0,20		0,20		0,20		0,20		0,20		0,21		0,21		0,22		0,22		0,23		0,24	
	23	0,21		0,21		0,21		0,21		0,21		0,22		0,22		0,22		0,23		0,24		0,24		0,25	
	24	0,23		0,23		0,23		0,23		0,24		0,24		0,24		0,25		0,25		0,25		0,26		0,27	
	25																								
	26	0,23		0,23		0,24		0,24		0,24		0,24		0,25		0,25		0,26		0,27		0,27		0,28	
	27	0,25		0,25		0,25		0,25		0,26		0,26		0,26		0,27		0,28		0,28		0,29		0,30	
	28	0,25		0,25		0,26		0,26		0,26		0,27		0,27		0,28		0,28		0,29		0,29		0,30	
	29	0,26		0,27		0,27		0,27		0,27		0,28		0,28		0,28		0,29		0,29		0,30		0,31	
	30	0,27		0,27		0,27		0,28		0,28		0,28		0,28		0,29		0,29		0,30		0,31		0,32	
	31	0,29		0,29		0,29		0,30		0,30		0,30		0,31		0,31		0,31		0,32		0,32		0,33	
	32	0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,34		0,35	
	33	0,30		0,31		0,31		0,31		0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35	
	34	0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35		0,35		0,36		0,37	
	35																								
	36	0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35		0,35		0,36		0,37	
	37	0,33		0,34		0,34		0,35		0,35		0,35		0,35		0,36		0,36		0,37		0,38		0,39	
	38	0,34		0,34		0,35		0,36		0,36		0,36		0,37		0,37		0,38		0,38		0,39		0,40	
	39	0,35		0,35		0,36		0,36		0,37		0,37		0,38		0,38		0,39		0,39		0,40		0,41	
	40	0,35		0,36		0,36		0,37		0,38		0,38		0,38		0,39		0,39		0,40		0,41		0,42	

PER I MOSTI E I MOSTI PARZIALMENTE FERMENTATI
METODO DI DOSAGGIO CHIMICO DELL'ALCOLE

Questo metodo è riservato alle bevande poco alcoliche (meno di 6% vol), come pure ai casi nei quali si dispone soltanto di un campione di scarso volume.

Soluzioni

- a) Soluzione di bicromato di potassio — Disciogliere 33,600 g di bicromato di potassio rigorosamente puro, in una quantità d'acqua distillata sufficiente ad ottenere un litro a 20 °C. Questa soluzione corrisponde al titolo alcolometrico internazionale ⁽¹⁾.

Un millilitro di questa soluzione ossida 7,8924 mg d'alcole.

- b) Soluzione di solfato di ferro ed ammonio — Disciogliere 135 g di solfato ferroso ammoniacale e 20 millilitri di acido solforico puro in una quantità di acqua sufficiente ad ottenere 1 litro. Questa soluzione, immediatamente dopo essere stata preparata, corrisponde circa a metà del suo volume di soluzione di bicromato: in seguito, essa si ossida lentamente.

La suddetta soluzione deve essere frequentemente rititolata con la soluzione di bicromato, la cui conservazione in bottiglia con tappo smerigliato è eccellente. Questa titolazione deve essere effettuata seguendo esattamente lo stesso modo di operare adottato per il dosaggio dell'alcole; soltanto i 10 millilitri di diluizione alcolica vanno sostituiti con un uguale volume di acqua pura. In questo modo si corregge l'effetto delle piccole quantità di sostanze organiche che esistono talvolta nell'acido solforico.

- c) Soluzione di permanganato di potassio — Sciogliere 1,083 g di permanganato di potassio in una quantità d'acqua sufficiente ad ottenere un litro.
- d) Acido solforico diluito — A 500 ml di acqua distillata, aggiungere a poco a poco ed agitando 500 ml di acido solforico puro. Dopo raffreddamento, aggiungere i pochi ml di acqua necessari per ottenere 1 litro di soluzione.
- e) Reattivo all'ortofenantrolina ferrosa — Sciogliere 0,695 g di $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ in 100 ml di acqua ed aggiungere 1,485 g di ortofenantrolina monoidrato. Riscaldare per favorire la dissoluzione. Questa soluzione, di colore rosso vivo, si conserva molto bene.

Modo di operare

1. *Distillazione* — Separare l'alcole per distillazione, utilizzando l'apparecchio descritto a pagina 16. Calcolare i volumi di liquido prelevato per l'analisi e del distillato in modo che il grado alcolico di quest'ultimo sia dell'ordine di 1% vol e comunque inferiore a 1,8% vol.

Titolo alcolometrico presunto	Volume di liquido ⁽¹⁾ da utilizzare V (ml)	Volume d'acqua da aggiungere prima di distillare (ml)	Volume al quale il distillato deve essere portato (ml)
inferiore a 0,8 %	200	0	100
fra 0,8 e 1,5 % vol	100	20	100
fra 1,5 e 3 % vol	50	70	100
fra 3 e 6 % vol	25	100	100
fra 6 e 9 % vol	20	100	100
fra 9 e 18 % vol	20	200	200
fra 18 e 22 % vol	20	200	250

⁽¹⁾ Vino o mosto.

⁽¹⁾ La massa di bicromato è di 33,791 g/l di soluzione a 15 °C per il titolo alcolometrico francese a 15°/15° e 33,611 g/l di soluzione per il titolo alcolometrico tedesco a 20°/20°.

— 1 ml della soluzione a 33,791 g/l ossida 7,93634 mg di alcole;
— 1 ml della soluzione a 33,611 g/l ossida 7,8940 mg di alcole.

Queste corrispondenze fra il bicromato e l'alcole sono teoriche; esse sono state calcolate in base alle masse volumiche o alle densità dell'alcole puro (100% vol) indicate nelle tabelle alcolometriche. Esse sono suscettibili di variare in funzione delle masse atomiche degli elementi, che sono revisionate tutti gli anni. I numeri sopra riportati sono stati calcolati in base alla tabella del 1961. Queste variazioni non hanno alcuna importanza pratica, perché sono minime.

Porre nell'apparecchio a trascinamento o nel pallone di distillazione più sopra descritto il volume V di liquido da analizzare, vino o mosto, qui sopra indicato; alcalinizzare con un leggero eccesso di latte di calce 4N ed aggiungere il volume di acqua prescritto. Raccogliere il distillato in un matraccio tarato di volume uguale a quello indicato nell'ultima colonna della tabella sopra riportata. Portare a segno con acqua distillata.

Si può anche diluire il distillato ottenuto con una delle tecniche sopra indicate portando 50,25 o 20 ml di questo distillato a 100, 200 o 250 ml.

2. *Ossidazione* — In un matraccio a tappo smerigliato da 250 ml, il cui collo termina in una parte svasata per consentire di sciacquare collo e tappo senza perdite, porre 20 ml di soluzione titolata di bicromato di potassio, 20 ml di acido solforico al 50% in volume ed agitare. Aggiungere 10 ml di distillato, esattamente misurati. Tappare il matraccio bagnando il tappo con una goccia di acido solforico puro, agitare ed aspettare almeno 30 minuti, agitando di tanto in tanto.
3. *Titolazione* — Titolare l'eccesso di bicromato versandovi la soluzione di solfato di ferro ed ammonio mediante una buretta graduata. Quando la colorazione verde della soluzione vira al verde-azzurro, aggiungere 4 gocce di reattivo all'ortofenantrolina. Sospendere l'aggiunta di soluzione ferrosa allorché la colorazione del liquido passa dall'azzurro-verde al marrone. Poiché accade spesso di oltrepassare leggermente il viraggio, è necessario riportarsi al punto preciso di viraggio mediante aggiunta di una soluzione di permanganato di potassio contenente 1,083 g per litro. Un decimo del volume impiegato di tale soluzione viene detratto dal volume della soluzione di solfato ferroso: sia n questa differenza.

Eeguire la stessa operazione con un matraccio simile, nel quale si saranno poste le stesse quantità degli stessi reattivi, ma in cui i 10 ml di distillato saranno sostituiti da 10 ml di acqua pura. Sia n' il volume di soluzione ferrosa impiegato.

Calcoli

n' millilitri di soluzione ferrosa riducono 20 ml di soluzione di bicromato, i quali ossidano 200 millimetri cubici di alcole puro, pari a 0,2 ml.

1 ml di soluzione ferrosa ha lo stesso potere riduttore di $\frac{0,2}{n'}$ ml di alcole.

(n' - n) ml di soluzione ferrosa hanno lo stesso potere riduttore di $0,2 \frac{n' - n}{n'}$ ml di alcole, contenuti nei 10 ml di distillato che contengono a loro volta l'alcole di 10/100 del volume V del liquido prelevato, se il distillato è stato portato a 100 ml.

Dunque, $0,2 \frac{n' - n}{n'}$ ml di alcole sono contenuti in $\frac{V}{10}$ ml di liquido.

Il titolo alcolometrico di questo liquido è:

$$\frac{200}{V} \frac{(n' - n)}{n'}$$

Quando il distillato sia stato raccolto in un pallone da 200 o 250 ml, questa formula diviene:

$$\frac{400}{V} \frac{(n' - n)}{n'} \quad \text{ovvero:} \quad \frac{500}{V} \frac{(n' - n)}{n'}$$

Osservazioni

1. Le pipette da 10 e 20 ml e la buretta utilizzate per questo dosaggio devono essere controllate e riconosciute esatte a meno dell'1‰.
2. Il dosaggio dell'acido acetico formato permette di controllare la determinazione cromometrica dell'alcole e di verificare la natura di quest'alcole. L'alcole metilico in particolare è ossidato ad anidride carbonica ed acqua nelle condizioni in cui l'alcole etilico è trasformato in acido acetico; bisogna però portare ad almeno 12 ore la durata dell'ossidazione, mentre per l'alcole etilico essa è terminata in 30 minuti ⁽¹⁾.

Va osservato che 1 ml di una soluzione di K₂Cr₂O₇ contenente 33,600 g per litro ossida 3,6596 mg di metanolo.

Per dosare l'acido acetico, distillare quest'acido in corrente di vapore, raccogliendo un volume di distillato almeno decuplo di quello della soluzione in cui è stata effettuata la titolazione cromometrica ed alla quale si sarà aggiunto un piccolo eccesso di solfato ferroso.

1 ml di Na OH 0,1 N corrisponde a 4,607 mg di alcole etilico.

1 ml di soluzione di K₂Cr₂O₇ contenente 33,600 g per litro corrisponde dunque a 1,71 ml di Na OH 0,1 N.

⁽¹⁾ Nelle condizioni qui sopra indicate, l'acido acetico formato resiste indefinitamente alla miscela cromica, e di conseguenza il prolungamento della durata dell'ossidazione non cambia la relazione stechiometrica fra l'etanolo ed il bicromato.

2.4. METODI USUALI PER I VINI E I MOSTI

PRIMO METODO USUALE

Areometria

Apparecchi

1. Apparecchio di distillazione — Esso è simile a quello descritto per il metodo di riferimento.

Come per il metodo di riferimento, si può impiegare qualunque altro modello d'apparecchio, ed in particolare l'alcole può essere distillato in corrente di vapore; ciò permette di accelerare quest'operazione, a condizione che l'apparecchio e la tecnica rispondano alle condizioni indicate per il metodo di riferimento stesso (vedi pagina 16).

2. Alcolometro — L'alcolometro utilizzato deve rispondere alle prescrizioni della direttiva 76/765/CEE del Consiglio, del 27 luglio 1976, in materia di alcolometri e densimetri per alcole.

Questi apparecchi devono essere controllati da un servizio di Stato.

Utilizzare un termometro suddiviso in gradi e decimi di grado fra 0° e 30°C e controllato con l'approssimazione di $1/20$ di grado.

La provetta sarà costituita da un tubo cilindrico di 36 mm di diametro e 320 mm di altezza, tenuto verticalmente su di un piatto a viti calanti. Il diametro interno della provetta deve in ogni modo superare di almeno 6 mm il diametro della carena dell'alcolometro.

Modo di operare

1. *Distillazione* — I vini giovani o spumanti saranno in precedenza privati della maggior parte del gas carbonico che contengono, mediante agitazione di 260 ml di vino in un matraccio da 500 ml previamente siliconato all'interno.

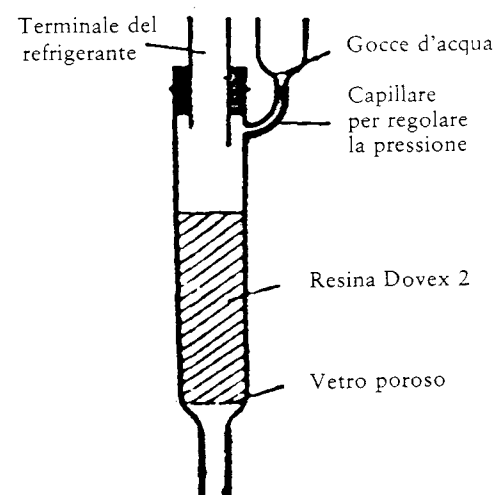
Nel pallone da distillazione, porre 250 millilitri di vino misurati in un matraccio tarato, il cui collo abbia un diametro interno di 12 mm al massimo. Risciacquare il matraccio con 5 ml di acqua per 4 volte; aggiungere 10 ml di latte di calce preparato con 120 g di CaO per litro. La sostanza colorante nel vino deve virare per effetto dell'alcalinità. Nel caso dei vini molti acidi, spunti, ecc. aggiungere calce fino a reazione nettamente basica alla fenoltaleina (saggio alla tocca). Aggiungere alcuni frammenti di sostanza porosa inerte e, se necessario, una goccia di soluzione acquosa all'1% di silicone idrosolubile, per evitare la schiuma. Raccogliere il distillato nello stesso matraccio che è servito per misurare il vino e nel quale si siano posti 10 ml di acqua distillata. Si debbono distillare almeno 200 ml.

Agitare e portare a segno alla stessa temperatura iniziale (con l'approssimazione di 5°C).

Avvertenza:

Si può evitare l'alcalinizzazione del vino ponendo all'uscita del refrigerante una allunga contenente 10 g di resina scambiatrice di ioni fortemente basica, sotto forma di idrossido, lungamente lavata con acqua distillata. Una piastrina di vetro sinterizzato saldata all'allunga trattiene la resina ed impedisce il passaggio delle particelle più fini. La granulometria della resina va da 50 a 100 mesh. Questa resina trattiene l'acido acetico, l'anidride solforosa libera e combinata e l'anidride carbonica distillati.

Dieci grammi di resina sono efficaci per 30 distillazioni nel caso di vini normali. La rigenerazione verrà fatta con soda caustica al 5% e sei lavaggi con acqua distillata (vedi figura).



2. *Misura della densità del distillato* — Porre il distillato in una provetta cilindrica di 36 mm di diametro interno a 320 mm di altezza. Tenere questa provetta ben verticale. Introdurre il termometro e l'alcolometro. La lettura del termometro è fatta 1 minuto dopo aver agitato, per ottenere uniformità di temperatura fra la provetta, il termometro, l'alcolometro ed il distillatore. Si estrae il termometro e si legge il grado alcolico apparente dopo un minuto di riposo. Andranno fatte almeno tre letture, con l'aiuto di una lente d'ingrandimento. Il grado apparente misurato a t° sarà corretto dell'influenza della temperatura mediante la tabella allegata.

È necessario che la temperatura del liquido sia poco diversa dalla temperatura ambiente (5°C di differenza al massimo). In caso contrario, si dovrà utilizzare una provetta a doppia parete con l'intercapedine a vuoto spinto.

TITOLO ALCOLOMETRICO INTERNAZIONALE A 20 °C

Tabella delle correzioni da apportare al titolo alcolometrico apparente per correggere l'influenza della temperatura
 Aggiungere o sottrarre al titolo alcolometrico apparente a t° (alcolometro in vetro ordinario) la correzione qui sotto indicata.

		Titoli alcolometrici apparenti A t °C																	
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	
Temperature	aggiungere	0°	0,76	0,77	0,82	0,87	0,95	1,04	1,16	1,31	1,49	1,70	1,95	2,26	2,62	3,03	3,49	4,02	4,56
		1°	0,81	0,83	0,87	0,92	1,00	1,09	1,20	1,36	1,52	1,73	1,97	2,26	2,59	2,97	3,40	3,87	4,36
		2°	0,85	0,87	0,92	0,97	1,04	1,13	1,24	1,38	1,54	1,74	1,97	2,24	2,54	2,89	3,29	3,72	4,17
		3°	0,88	0,91	0,95	1,00	1,07	1,15	1,26	1,39	1,55	1,73	1,95	2,20	2,48	2,80	3,16	3,55	3,95
		4°	0,90	0,92	0,97	1,02	1,09	1,17	1,27	1,40	1,55	1,72	1,92	2,15	2,41	2,71	3,03	3,38	3,75
		5°	0,91	0,93	0,98	1,03	1,10	1,17	1,27	1,39	1,53	1,69	1,87	2,08	2,33	2,60	2,89	3,21	3,54
		6°	0,92	0,94	0,98	1,02	1,09	1,16	1,25	1,37	1,50	1,65	1,82	2,01	2,23	2,47	2,74	3,02	3,32
		7°	0,91	0,93	0,97	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,45	1,59	1,75	1,92	2,12	2,34	2,58	2,83	3,10
		8°	0,89	0,91	0,94	0,98	1,04	1,11	1,19	1,28	1,39	1,52	1,66	1,82	2,00	2,20	2,42	2,65	2,88
		9°	0,86	0,88	0,91	0,95	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,44	1,57	1,71	1,87	2,05	2,24	2,44	2,65
		10°	0,82	0,84	0,87	0,91	0,96	1,01	1,08	1,16	1,25	1,35	1,47	1,60	1,74	1,89	2,06	2,24	2,43
		11°	0,78	0,79	0,82	0,86	0,90	0,95	1,01	1,08	1,16	1,25	1,36	1,47	1,60	1,73	1,88	2,03	2,20
		12°	0,72	0,74	0,76	0,79	0,83	0,88	0,93	0,99	1,07	1,15	1,24	1,34	1,44	1,56	1,69	1,82	1,96
		13°	0,66	0,67	0,69	0,72	0,76	0,80	0,84	0,90	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,38	1,49	1,61	1,73
		14°	0,59	0,60	0,62	0,64	0,67	0,71	0,74	0,79	0,85	0,91	0,97	1,04	1,12	1,20	1,29	1,39	1,49
		15°	0,51	0,52	0,53	0,55	0,58	0,61	0,64	0,68	0,73	0,77	0,83	0,89	0,95	1,02	1,09	1,16	1,24
		16°	0,42	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,60	0,63	0,67	0,72	0,77	0,82	0,88	0,94	1,00
		17°	0,33	0,33	0,34	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,46	0,48	0,51	0,55	0,59	0,62	0,67	0,71	0,75
		18°	0,23	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,40	0,42	0,45	0,48	0,51
19°	0,12	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,25		
Temperature	destrarre	21°		0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23	0,25	0,26
		22°		0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47	0,49	0,52
		23°		0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,47	0,49	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70	0,74	0,78
		24°		0,55	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,67	0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04
		25°		0,69	0,71	0,73	0,76	0,79	0,82	0,85	0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19	1,25	1,31
		26°		0,85	0,87	0,90	0,93	0,96	1,00	1,04	1,08	1,13	1,18	1,24	1,30	1,36	1,43	1,50	1,57
		27°			1,03	1,07	1,11	1,15	1,19	1,23	1,28	1,34	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,84
		28°			1,21	1,25	1,29	1,33	1,38	1,43	1,49	1,55	1,62	1,69	1,77	1,85	1,93	2,02	2,11
		29°			1,39	1,43	1,47	1,52	1,58	1,63	1,70	1,76	1,84	1,92	2,01	2,10	2,19	2,29	2,39
		30°			1,57	1,61	1,66	1,72	1,78	1,84	1,91	1,98	2,07	2,15	2,25	2,35	2,45	2,56	2,67
		31°			1,75	1,80	1,86	1,92	1,98	2,05	2,13	2,21	2,30	2,39	2,49	2,60	2,71	2,83	2,94
		32°			1,94	2,00	2,06	2,13	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22
		33°				2,20	2,27	2,34	2,42	2,50	2,58	2,67	2,77	2,88	2,99	3,12	3,24	3,37	3,51
		34°				2,41	2,48	2,56	2,64	2,72	2,81	2,91	3,02	3,13	3,25	3,38	3,51	3,65	3,79
		35°				2,62	2,70	2,78	2,86	2,95	3,05	3,16	3,27	3,39	3,51	3,64	3,78	3,93	4,08
		36°				2,83	2,91	3,00	3,09	3,19	3,29	3,41	3,53	3,65	3,78	3,91	4,05	4,21	4,37
		37°					3,13	3,23	3,33	3,43	3,54	3,65	3,78	3,91	4,04	4,18	4,33	4,49	4,65
		38°					3,36	3,47	3,57	3,68	3,79	3,91	4,03	4,17	4,31	4,46	4,61	4,77	4,94
		39°					3,59	3,70	3,81	3,93	4,05	4,17	4,30	4,44	4,58	4,74	4,90	5,06	5,23
40°					3,82	3,94	4,06	4,18	4,31	4,44	4,57	4,71	4,86	5,02	5,19	5,36	5,53		

TITOLO ALCOLOMETRICO INTERNAZIONALE A 20 °C

Tabella delle correzioni da apportare al titolo alcolometrico apparente per correggere l'influenza della temperatura

Aggiungere o sottrarre al titolo alcolometrico apparente a t° (alcolometro in vetro ordinario) la correzione qui sotto indicata.

Temperature		Titoli alcolometrici apparenti A t °C																	
		14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
Temperature	aggiungere	0°	3,49	4,02	4,56	5,11	5,65	6,16	6,63	7,05	7,39	7,67	7,91	8,07	8,20	8,30	8,36	8,39	8,40
		1°	3,40	3,87	4,36	4,86	5,35	5,82	6,26	6,64	6,96	7,23	7,45	7,62	7,75	7,85	7,91	7,95	7,96
		2°	3,29	3,72	4,17	4,61	5,05	5,49	5,89	6,25	6,55	6,81	7,02	7,18	7,31	7,40	7,47	7,51	7,53
		3°	3,16	3,55	3,95	4,36	4,77	5,17	5,53	5,85	6,14	6,39	6,59	6,74	6,86	6,97	7,03	7,07	7,09
		4°	3,03	3,38	3,75	4,11	4,48	4,84	5,17	5,48	5,74	5,97	6,16	6,31	6,43	6,53	6,59	6,63	6,66
		5°	2,89	3,21	3,54	3,86	4,20	4,52	4,83	5,11	5,35	5,56	5,74	5,89	6,00	6,10	6,16	6,20	6,23
		6°	2,74	3,02	3,32	3,61	3,91	4,21	4,49	4,74	4,96	5,16	5,33	5,47	5,58	5,67	5,73	5,77	5,80
		7°	2,58	2,83	3,10	3,36	3,63	3,90	4,15	4,38	4,58	4,77	4,92	5,05	5,15	5,24	5,30	5,34	5,37
		8°	2,42	2,65	2,88	3,11	3,35	3,59	3,81	4,02	4,21	4,38	4,52	4,64	4,74	4,81	4,87	4,92	4,95
		9°	2,24	2,44	2,65	2,86	3,07	3,28	3,48	3,67	3,84	3,99	4,12	4,23	4,32	4,39	4,45	4,50	4,53
		10°	2,06	2,24	2,43	2,61	2,80	2,98	3,16	3,33	3,48	3,61	3,73	3,83	3,91	3,98	4,03	4,08	4,11
		11°	1,88	2,03	2,20	2,36	2,52	2,68	2,83	2,98	3,12	3,24	3,34	3,43	3,50	3,57	3,62	3,66	3,69
		12°	1,69	1,82	1,96	2,10	2,24	2,38	2,51	2,64	2,76	2,87	2,96	3,04	3,10	3,16	3,21	3,25	3,27
		13°	1,49	1,61	1,73	1,84	1,96	2,08	2,20	2,31	2,41	2,50	2,58	2,65	2,71	2,76	2,80	2,83	2,85
		14°	1,29	1,39	1,49	1,58	1,68	1,78	1,88	1,97	2,06	2,13	2,20	2,26	2,31	2,36	2,39	2,42	2,44
		15°	1,09	1,16	1,24	1,32	1,40	1,48	1,56	1,64	1,71	1,77	1,83	1,88	1,92	1,96	1,98	2,01	2,03
		16°	0,88	0,94	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,36	1,41	1,46	1,50	1,53	1,56	1,58	1,60	1,62
		17°	0,67	0,71	0,75	0,80	0,84	0,89	0,94	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,14	1,17	1,18	1,20	1,21
		18°	0,45	0,48	0,51	0,53	0,56	0,59	0,62	0,65	0,68	0,70	0,72	0,74	0,76	0,78	0,79	0,80	0,81
19°	0,23	0,24	0,25	0,27	0,28	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40	0,40	0,41		
Temperature	detrarre	21°	0,23	0,25	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40
		22°	0,47	0,49	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,72	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79	0,80
		23°	0,70	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90	0,93	0,97	1,01	1,04	1,07	1,10	1,12	1,15	1,17	1,18	1,19
		24°	0,94	0,99	1,04	1,10	1,15	1,20	1,25	1,29	1,34	1,39	1,43	1,46	1,50	1,53	1,55	1,57	1,59
		25°	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,56	1,62	1,68	1,73	1,78	1,83	1,87	1,90	1,94	1,97	1,99
		26°	1,43	1,50	1,57	1,65	1,73	1,80	1,87	1,94	2,01	2,07	2,13	2,19	2,24	2,28	2,32	2,35	2,38
		27°	1,68	1,76	1,84	1,93	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,41	2,48	2,55	2,61	2,66	2,70	2,74	2,77
		28°	1,93	2,02	2,11	2,21	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,76	2,83	2,90	2,98	3,03	3,08	3,13	3,17
		29°	2,19	2,29	2,39	2,50	2,60	2,70	2,81	2,91	3,00	3,09	3,18	3,26	3,34	3,40	3,46	3,51	3,55
		30°	2,45	2,56	2,67	2,78	2,90	3,01	3,12	3,23	3,34	3,44	3,53	3,62	3,70	3,77	3,84	3,90	3,95
		31°	2,71	2,83	2,94	3,07	3,19	3,31	3,43	3,55	3,67	3,78	3,88	3,98	4,07	4,15	4,22	4,28	4,33
		32°	2,97	3,09	3,22	3,36	3,49	3,62	3,74	3,87	4,00	4,11	4,22	4,33	4,43	4,51	4,59	4,66	4,72
		33°	3,24	3,37	3,51	3,65	3,79	3,92	4,06	4,20	4,33	4,45	4,57	4,68	4,79	4,88	4,97	5,04	5,10
		34°	3,51	3,65	3,79	3,94	4,09	4,23	4,37	4,52	4,66	4,79	4,91	5,03	5,15	5,25	5,34	5,42	5,49
		35°	3,78	3,93	4,08	4,23	4,38	4,53	4,69	4,84	4,98	5,12	5,26	5,38	5,50	5,61	5,71	5,80	5,87
		36°	4,05	4,21	4,37	4,52	4,68	4,84	5,00	5,16	5,31	5,46	5,60	5,73	5,86	5,97	6,08	6,17	6,25
		37°	4,33	4,49	4,65	4,82	4,98	5,15	5,31	5,48	5,64	5,80	5,95	6,09	6,22	6,33	6,44	6,54	6,63
		38°	4,61	4,77	4,94	5,12	5,29	5,46	5,63	5,80	5,97	6,13	6,29	6,43	6,57	6,69	6,81	6,92	7,01
		39°	4,90	5,06	5,23	5,41	5,59	5,77	5,94	6,12	6,30	6,47	6,63	6,78	6,93	7,06	7,18	7,29	7,39
40°	5,19	5,36	5,53	5,71	5,90	6,08	6,26	6,44	6,62	6,80	6,97	7,13	7,28	7,41	7,54	7,66	7,76		

SECONDO METODO USUALE

Densimetria per mezzo della bilancia idrostatica

L'apparecchio, la taratura del galleggiante e il modo di operare sono già stati descritti a proposito della misura della massa volumica, ma la misura della massa volumica del distillato deve essere più precisa di quella del vino.

Essa deve essere ottenuta con un'approssimazione di almeno $5 \cdot 10^{-5}$. Per ottenere questo risultato bisogna adoperare un galleggiante di almeno 50 ml e prendere ogni precauzione per evitare qualsiasi evaporazione dell'alcole e per conoscere la temperatura del distillato a 1/10 di grado Celsius almeno.

Le formule per il calcolo sono state egualmente già indicate.

Conoscendo p^1 a $t^\circ\text{C}$, si determina il grado alcolico con l'aiuto della tabella delle masse volumiche, scelta tenendo presente la natura del vetro costituente il galleggiante; si segue lo stesso procedimento di interpolazione come per il metodo di riferimento.

2.5. COMPLEMENTO AL METODO DI RIFERIMENTO PER LA MISURA DELLA MASSA VOLUMICA DEL DISTILLATO

PICNOMETRIA SU BILANCIA A UN SOLO PIATTO

Principio

In principio della tecnica di determinazione della massa volumica del distillato è indicato nel capitolo « densità relativa 20/20 ».

Esempio numerico

Le costanti del picnometro sono state determinate e calcolate al capitolo « densità relativa 20/20 ».

Calcoli

1. Pesata del picnometro pieno di distillato

Peso del pallone tara al momento della determinazione:

$$T_1 = 171,9178$$

Picnometro pieno di distillato a $20,50^\circ\text{C}$:

$$P_2 = 167,8438$$

Variazione della spinta dell'aria:

$$dT = 171,9178 - 171,9160 = + 0,0018$$

Massa del distillato a $20,50^\circ\text{C}$:

$$L_t = 167,8438 - (67,6695 + 0,0018) = 100,1725$$

Massa volumica apparente del distillato:

$$\rho_{20,50^\circ} = \frac{100,1725}{101,8194} = 0,983825$$

2. Calcolo del titolo alcolometrico

Riferirsi alla tabella delle masse volumiche apparenti dei miscugli idroalcolici a differenti temperature, come indicato più sopra.

Sulla linea 20°C della tabella delle masse volumiche apparenti, la più piccola massa superiore alla massa osservata 0,983825 è 0,98471 nella colonna 10% vol.

La massa volumica a 20°C è:

$$(98382,5 + 0,50 \cdot 24) 10^{-5} = 0,983945$$

$$0,98471 - 0,983945 = 0,000765$$

La parte decimale del titolo alcolometrico è:

$$76,5/119 = 0,64.$$

Il titolo alcolometrico è 10,64% vol

3. ESTRATTO SECCO TOTALE

Sostanze secche totali

3.1. DEFINIZIONE

L'estratto secco totale o sostanze secche totali è costituito dall'insieme di tutte le sostanze che, in condizioni fisiche determinate, non volatilizzano. Queste condizioni fisiche debbono essere fissate in modo tale che le sostanze componenti tale estratto subiscano il minimo di alterazione possibile.

L'estratto non riduttore è l'estratto secco totale dal quale sono stati detratti gli zuccheri totali.

L'estratto ridotto è l'estratto secco totale dal quale sono stati detratti gli zuccheri totali eccedenti 1 g/l, il solfato di potassio eccedente 1 g/l, il mannitolo, se presente, e tutte le sostanze chimiche eventualmente aggiunte al vino.

Il resto di estratto è l'estratto non riduttore dal quale è stata detratta l'acidità fissa, espressa in acido tartarico.

L'estratto è espresso in grammi per litro e dev'essere determinato con l'approssimazione di 0,5 g.

3.2. PRINCIPIO DEL METODO

Metodo unico: metodo densimetrico

L'estratto secco totale è calcolato indirettamente in base al valore della densità del « residuo senz'alcool », cioè del vino dal quale è stato eliminato l'alcole e che è stato riportato al volume iniziale con acqua.

Questo estratto secco è espresso dalla quantità di saccarosio che, disciolta in una quantità d'acqua sufficiente ad avere un litro, dà una soluzione avente la stessa densità del « residuo senz'alcool ». Questa quantità è fornita dalla tabella I.

Metodo di calcolo

La densità 20/20 d_r del « residuo senz'alcool » è calcolata con la formula di Tabarié:

$$d_r = d_v - d_a + 1,000$$

in cui: d_v = densità del vino a 20 °C riferita all'acqua a 20 °C (corretta per l'acidità volatile) ⁽¹⁾;

d_a = densità a 20 °C della miscela idroalcolica avente lo stesso grado alcolico del vino, riferita all'acqua a 20 °C.

Il valore di d_r può anche essere calcolato in base alle masse volumiche, mediante la formula:

$$d_r = 1,0018 (\rho_v - \rho_a) + 1,000$$

nella quale:

ρ_v = massa volumica a 20 °C del vino;

ρ_a = massa volumica a 20 °C della miscela idroalcolica della stessa gradazione;

il coefficiente 1,0018 può praticamente essere assimilato ad 1 allorché ρ_v è inferiore ad 1,05, come più di frequente avviene.

La tabella I verrà impiegata per calcolare l'estratto secco in base alla densità d_r .

Nel caso dei mosti, l'estratto secco totale verrà calcolato in base alla densità relativa d 20/20 mediante la medesima tabella.

⁽¹⁾ Prima di effettuare questo calcolo, la densità (o la massa volumica) del vino, misurata nel modo più sopra indicato, dev'essere corretta dall'azione dell'acidità volatile secondo la formula:

$$d_v = \times d_{20/20} - 0,0000086 a \quad \rho_v = \rho_{20} - 0,0000086 a$$

nella quale a rappresenta la quantità di acidità volatile espressa in milliequivalenti per litro.

TABELLA I
per il calcolo del tenore in estratto
g/l

Densità con 2 decimali	3° decimale della densità									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	grammi di estratto per litro									
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	530,5	533,3	536,0	538,7	541,4	544,1	546,8	549,6	552,3
1,21	555,0	557,7	560,4	563,1	565,8	568,5	571,2	573,9	576,6	579,3
1,22	582,0	584,8	587,5	590,2	593,0	595,7	598,4	601,1	603,9	606,6
1,23	609,3	612,1	614,8	617,5	620,3	623,0	625,7	628,4	631,2	633,9
1,24	636,6	639,4	642,1	644,9	647,6	650,3	653,1	655,8	658,6	661,3
1,25	664,0	666,8	669,5	672,3	675,0	677,7	680,5	683,2	686,0	688,7
1,26	691,4	694,2	697,0	699,8	702,5	705,3	708,1	710,8	713,6	716,4
1,27	719,1	721,9	724,7	727,4	730,2	732,9	735,7	738,5	741,2	744,0
1,28	746,7	749,5	752,3	755,1	757,8	760,6	763,4	766,1	768,9	771,7
1,29	774,4	777,2	780,0	782,8	785,6	788,3	791,1	793,9	796,7	799,5
1,30	802,3	805,0	807,8	810,6	813,4	816,2	819,0	821,8	824,6	827,4
1,31	830,2	833,1	835,9	838,7	841,5	844,3	847,1	849,9	852,7	855,5
1,32	858,3	861,2	864,0	866,8	869,6	872,4	875,3	878,1	880,9	883,7
1,33	886,5	889,4	892,2	895,0	897,9	900,7	903,5	906,4	909,2	912,0
1,34	914,8	917,7	920,5	923,3	926,2	929,0	931,8	934,7	937,5	940,3
1,35	943,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Tabella di interpolazione

4° decimale della densità dr	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Grammi di estratto per litro	0,26	0,52	0,78	1,04	1,30	1,56	1,82	2,08	2,34

4. ZUCCHERI RIDUTTORI

4.1. DEFINIZIONE

Gli zuccheri riduttori, costituiti dall'insieme degli zuccheri a funzione chetonica e aldeidica, sono dosati in base alla loro azione riducente sulla soluzione cupro-alcalina.

La loro determinazione comporta due operazioni successive: la defecazione ed il dosaggio propriamente detto.

4.2. PRINCIPIO DEL METODO UNICO

a) Defecazione

La defecazione si effettua:

- per i vini rossi: mediante acetato basico di piombo,
- per gli altri prodotti: mediante ferrocianuro di zinco.

b) Dosaggio

Dopo aver fatto reagire il vino defecato con una quantità determinata di liquido cupro-alcalino, l'eccesso di ioni rameici è dosato per iodometria.

4.3. DEFECAZIONE

Prima di qualsiasi dosaggio è necessario eliminare dal vino le sostanze riducenti diverse dagli zuccheri, applicando i metodi seguenti:

a) per i vini rossi:

- Defecazione con acetato basico di piombo

Soluzioni

Soluzione di acetato basico di piombo

Acetato neutro di piombo	300 g,
Ossido di piombo	100 g,
Acqua distillata	700 g.

Lasciare a contatto per parecchi giorni; agitare ogni tanto. Filtrare. La soluzione ottenuta deve avere una densità di 1,32.

Modo di operare

Porre 50 ml di vino in un pallone tarato da 100 ml; aggiungere ($n - 0,5$) ml di soluzione normale di idrossido di sodio, ove n rappresenta il volume di soluzione 0,1 N utilizzato per dosare l'acidità totale di 5 ml di vino. Aggiungere 2,5 ml di soluzione decinormale di acido acetico e, agitando, 2,5 ml di soluzione di acetato basico di piombo. Lasciare a contatto per 15 minuti. Aggiungere 5 ml di una soluzione di fosfato disodico al 7,6%, agitare, aggiungere acqua distillata senza portare a segno ed attendere 15 minuti. Portare a segno. Filtrare.

1 ml di filtrato corrisponde a 0,5 ml di vino.

b) per gli altri prodotti:

- Defecazione con ferrocianuro di zinco.

Soluzione

Soluzione di ferrocianuro di potassio I:

Ferrocianuro di potassio	150 g,
Acqua, quanto basta a	1 000 ml.

Soluzione di solfato di zinco II:

Solfato di zinco	300 g,
Acqua, quanto basta a	1 000 ml.

Modo di operare

In un pallone tarato da 100 ml, porre un volume di vino (o di mosto, o di mistella) così definito:

1. *Mosti e mistelle*: diluire al 10% il liquido da analizzare; prelevare 10 ml di questa soluzione.
2. *Vini dolci, liquorosi o no*, la cui massa volumica sia compresa fra 1,005 e 1,038: prelevare 20 ml di liquido da analizzare, previamente diluito al 20%.
3. *Vini abboccati* la cui massa volumica sia compresa fra 0,997 ed 1,006: prelevare 20 ml di vino non diluito.
4. *Vini secchi*: prelevare 50 millilitri di vino non diluito.

Aggiungere 5 ml della soluzione I di ferrocianuro di potassio e 5 ml della soluzione II di solfato di zinco. Mescolare. Portare a segno. Attendere 10 minuti e filtrare.

1. 1 ml di filtrato corrisponde a 0,01 ml di mosto o di mistella.
2. 1 ml di filtrato corrisponde a 0,04 ml di vino dolce.
3. 1 ml di filtrato corrisponde a 0,20 ml di vino abboccato.
4. 1 ml di filtrato corrisponde a 0,50 ml di vino secco.

4.4. DOSAGGIO DEGLI ZUCCHERI**Soluzione titolata di zucchero invertito da usare come riferimento**

Ogni analista deve verificare la sua tecnica servendosi di una soluzione titolata di zucchero invertito. Questa soluzione sarà preparata col metodo seguente:

Soluzione di zucchero invertito contenente 10 grammi per litro.

In un pallone tarato da un litro, porre:

Saccarosio puro e secco	9,50 g,
Acqua, circa	100 ml,
Acido cloridrico puro (= 1,18 — 1,19)	5 ml.

Dopo sette giorni alla temperatura di 10—15 °C o tre giorni a 20—25 °C, lo zucchero è idrolizzato; portare allora a 1 000 ml alla temperatura di 20 °C. Questa soluzione acida si conserva bene per un mese. Poco prima dell'impiego, neutralizzare la maggior parte dell'acido libero mediante soda (la soluzione acida è all'incirca 0,06 N).

Avvertenza:

Si può ottenere rapidamente questa soluzione di zucchero invertito preparando la soluzione acidificata di zucchero in un palloncino da 200 ml, che viene immerso in un bagnomaria a 60 °C per un tempo sufficiente affinché la temperatura della soluzione raggiunga i 50 °C (temperatura da mantenersi per 15 minuti). Si lascia poi raffreddare spontaneamente il pallone per una mezz'ora; si raffredda per immersione in bagno di acqua fredda. Si travasa in un pallone tarato da 1 litro e si porta a volume alla temperatura di 20 °C.

Per la verifica della tecnica prescelta, si effettuerà il dosaggio dello zucchero invertito su campioni a diversa diluizione, tali da coprire tutto il campo di concentrazioni ove la tecnica stessa è utilizzabile.

DOSAGGIO DELL'ECCESSO DI IONI RAMEICI PER IODOMETRIA

La quantità di rame precipitata per azione del liquido defecato sulla soluzione cupro-alcaina è determinata per iodometria.

Soluzioni**Soluzione cupro-alcaina**

Solfato di rame puro (Cu SO ₄ ·5H ₂ O)	25 g,
Acido citrico	50 g,
Carbonato di sodio cristallizzato, 10 H ₂ O	388 g,
Acqua, quanto basta a	1 000 ml.

Sciogliere il solfato di rame in 100 ml di acqua, l'acido citrico in 200 ml di acqua ed il carbonato di sodio in 250 ml di acqua calda. Mescolare la soluzione di acido citrico e la soluzione di carbonato di sodio. Aggiungere poi la soluzione di solfato di rame e portare a un litro.

Soluzione di ioduro di potassio al 30% :

Ioduro di potassio 30 g,
Acqua, quanto basta a 100 ml.

Conservare in bottiglia scura.

Acido solforico al 25% :

Acido solforico puro 25 ml,
Acqua, quanto basta a 100 ml.

Versare l'acido nell'acqua, lasciar raffreddare e portare a 100 ml.

Salda d'amido alla concentrazione di 5 grammi per litro, contenente 200 grammi di cloruro di sodio per litro al fine di assicurarne la conservazione. Questa soluzione deve essere mantenuta per 10 minuti all'ebollizione al momento in cui viene preparata.

Tiosolfato di sodio 0,1 N.

Modo di operare

In una beuta da 300 ml porre 25 ml di soluzione cupro-alcalina e 25 ml di liquido defecato. Questo volume di liquido zuccherino non deve contenere più di 60 mg di zucchero invertito. Aggiungere qualche granello di pomice e portare all'ebollizione, che va raggiunta in due minuti. Applicare alla beuta un refrigerante a riflusso e mantenere l'ebollizione per dieci minuti esatti.

Raffreddare immediatamente sotto corrente di acqua fredda. Dopo raffreddamento completo aggiungere 10 ml di soluzione di ioduro di potassio al 30%, 25 ml di acido solforico al 25% e 2 ml di salda d'amido.

Titolare con la soluzione 0,1 N di tiosolfato di sodio. Sia n il numero dei ml utilizzati.

Effettuare contemporaneamente una prova in bianco, nella quale i 25 ml di liquido zuccherino saranno sostituiti da 25 ml di acqua distillata. Sia n' il volume di tiosolfato impiegato.

Calcoli

La quantità di zucchero, espressa in zucchero invertito, contenuta nel campione prelevato, è data nella tabella seguente in funzione del numero ($n' - n$) di millilitri di tiosolfato utilizzati.

Esprimere il tenore del vino in grammi di zucchero invertito per litro, tenendo conto delle diluizioni effettuate nel corso della defacazione e del volume del campione prelevato.

Tabella di corrispondenza tra il volume di soluzione 0,1 N di tiosolfato di sodio ($n' - n$) ml e la quantità di zuccheri riduttori in mg

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ml 0,1 N	Zuccheri riduttori mg	Diff.	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ml 0,1 N	Zuccheri riduttori mg	Diff.
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,6	18	47,1	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			

5. SACCAROSIO

5.2. PRINCIPIO DEI METODI

a) Metodo di riferimento

aa) Per le ricerche qualitative: Metodo per cromatografia su strato sottile

Si identifica il saccarosio nei mosti e nei vini, dopo separazione dal glucosio e dal levulosio per cromatografia su strato sottile su silice G contenente acetato di sodio. Il rivelatore (acido tiobarbiturico ed acido tricoloroacetico) è incorporato al solvente (acetato di etile, isopropanolo ed acqua). Il saccarosio, per riscaldamento in ambiente acido, dà origine all'idrossimetilfurfurolo, il quale, reagendo con l'acido tiobarbiturico, produce una colorazione giallo-arancio.

bb) Per dosaggio dopo inversione

Il saccarosio è ricercato confrontando i poteri riduttori, prima e dopo idrolisi cloridrica controllata, del liquido ottenuto dalla defecazione del vino. Questo « liquido di defecazione » viene preparato secondo i procedimenti descritti al capitolo « zuccheri riduttori ».

Il dosaggio degli zuccheri riduttori, prima e dopo idrolisi, viene effettuato col metodo descritto al capitolo « zuccheri riduttori ».

b) Metodo usuale

aa) Per le ricerche qualitative: Metodo colorimetrico

Il vino è defecato con acetato di piombo, ossido di magnesio e permanganato di potassio a pH 8—9. Il defecato si fa reagire a 100 °C con difenilammina, in ambiente cloridrico ed acetico. Il prodotto di condensazione ottenuto in presenza di saccarosio viene estratto con cloroformio, il quale si colora in azzurro.

bb) per il dosaggio dopo inversione: vedi sub a) bb).

5.3. 1. RICERCA QUALITATIVA

METODO DI RIFERIMENTO

Metodo per cromatografia su strato sottile

Materiale:

— Apparecchiatura per cromatografia su strato sottile:

- stratificatore,
- telaio portalastre,
- camera per cromatografia,
- siringa micrometrica o micropipetta.

— Stufa a circolazione d'aria.

Soluzioni e reattivi:

- polvere di silice G,
- acetato di sodio in soluzione 0,02 M ⁽¹⁾,
- solvente con rivelatore incorporato.

Preparare la miscela seguente:

Acetato di etile	65 parti,
Isopropanolo	30 parti,
Acqua	5 parti.

⁽¹⁾ Preparazione delle piastre: mescolare 30 g di polvere di silice G e 60 millilitri di acetato di sodio 0,02 M in modo da ottenere una sospensione omogenea. Stratificarla su lastre allo spessore di 0,30 mm.

Al momento dell'impiego, aggiungere:

0,3% di acido 2-tiobarbiturico;

5,0% di acido tricloroacetico in cristalli.

Soluzioni di riferimento:

Soluzione di saccarosio contenente 0,05 grammi in 100 millilitri.

Soluzioni di saccarosio e di zuccheri riduttori ottenute operando come segue.

Preparare le soluzioni seguenti:

« A »: soluzione di saccarosio allo 0,5%;

« B »: soluzione contenente 5% di glucosio e 5% di fruttosio.

Dentro palloncini tarati da 10 ml, porre 1 ml di soluzione « A » ed 1, 2, 3, 4, 5 ml di soluzione « B »; Portare a 10 ml con acqua distillata. Si ottiene così una serie di soluzioni di riferimento che contengono percentuali crescenti di zuccheri riduttori.

Preparazione del campione

Quando il vino è fortemente colorato, è necessario trattarlo con carbone decolorante prima di deporlo sulla lastra.

Ottenimento del cromatogramma

I liquidi in esame debbono essere depositi su una linea di partenza situata a 2,5 cm dal margine della lastra che sarà immerso nel solvente, a 3 cm dal margine laterale della lastra ed a 3 cm gli uni dagli altri.

A seconda del tenore in zuccheri riduttori, si depongono da 1 a 5 microlitri del campione. Ogni macchia non deve contenere più di 0,25 mg di zuccheri riduttori. Si depongono ugualmente sulla lastra 5 microlitri delle soluzioni di riferimento. Per ottenere delle macchie di piccolo diametro, le soluzioni devono essere deposte per frazioni, a più riprese, essiccando con un debole getto di aria fredda negli intervalli fra ogni deposizione.

Si consiglia di asportare lo strato di silice per una larghezza di un mezzo centimetro sui margini laterali della piastra prima di immergere quest'ultima nella camera cromatografica contenente il solvente. L'atmosfera della camera deve essere ben satura di solvente.

Lasciar migrare il solvente sino ad un'altezza di 16 cm rispetto alla linea di partenza.

La piastra estratta dalla camera è essiccata in corrente d'aria e successivamente posta in stufa per 15 minuti a 105 °C, in senso parallelo a quello della corrente d'aria.

In presenza di saccarosio, compare una macchia di color giallo-arancio il cui Rf è identico a quello del saccarosio delle soluzioni di riferimento. Il glucosio ed il fruttosio danno una macchia color giallo-arancio il cui Rf è superiore a quello della macchia del saccarosio.

5.4. METODO USUALE

Metodo colorimetrico

Soluzioni:

— Acetato neutro di piombo cristallizzato,

— Ossido di magnesio pesante in polvere,

— Soluzione di permanganato di potassio al 2‰,

— Cloroformio,

— Reattivo alla difenilammina: a 10 ml di soluzione di difenilammina al 10% in alcole etilico assoluto, aggiungere 20 ml di acido acetico glaciale e 70 ml di acido cloridrico puro (d_4^{20} : 1,18 — 1,19).

Si raccomanda di verificare la purezza del reattivo: 2 ml di reattivo alla difenilammina, addizionati di 2 ml di acqua distillata, vengono posti in bagnomaria bollente per 5 minuti. La soluzione, raffreddata bruscamente per immersione in acqua fredda, viene estratta con 1 ml di cloroformio. Non deve aversi colorazione azzurra.

Modo di operare

Porre da 100 a 200 mg di ossido di magnesio e circa 200 mg di acetato neutro di piombo in 10 ml d'acqua; scaldare a bagnomaria, mantenuto a 90—95 °C per 3—5 minuti. Aggiungere 2 ml di vino o di mosto, che dev'essere limpido ed avere un tenore in zuccheri totali inferiore all'1%.

Se necessario, diluire il campione per riportare entro questi limiti il suo tenore in zuccheri.

Verificare che l'acetato di piombo sia stato aggiunto in quantità sufficienti, ma non in eccesso perché ciò diminuirebbe la sensibilità della reazione. Al liquido limpido che costituisce lo strato superiore aggiungere goccia a goccia una soluzione concentrata di acetato neutro di piombo finché non si formi più alcun precipitato. Agitare e continuare a mantenere in bagnomaria finché il liquido sovrastante sia limpido. Eliminare allora l'eccesso di piombo aggiungendo una soluzione satura di solfato di sodio.

Aggiungere 0,5 ml della soluzione di permanganato di potassio e mantenere a bagnomaria (90—95 °C) per 10 minuti.

Raffreddare bruscamente per immersione in acqua fredda e filtrare.

Può svilupparsi una colorazione gialla; essa non intralcia il seguito della reazione.

Introdurre in una provetta 2 ml di filtrato, aggiungere 2 ml di reattivo alla difenilammina; mantenere a bagnomaria bollente per 5 minuti esatti. Raffreddare per immersione in acqua fredda, aggiungere 1 ml di cloroformio ed estrarre immediatamente la colorazione.

I vini secchi, non addizionati di saccarosio, danno tutt'al più una colorazione grigio-azzurra molto leggera; in presenza di saccarosio, si ha sviluppo di una colorazione blu netta.

I vini dolci, i mosti a maturazione ed i mosti concentrati danno, in assenza di saccarosio, una colorazione giallo oro, e, in presenza di saccarosio, una colorazione verde netta.

La reazione è sensibile a 0,2 mg di saccarosio nel campione.

5.5. METODO DI DOSAGGIO**METODO UNICO****Modo di operare**

Introdurre, in due recipienti identici A e B, due campioni di uguale volume del liquido defecato ottenuto secondo il metodo descritto al capitolo « zuccheri riduttori ». Aggiungere nei recipienti A e B un volume di acido cloridrico puro in ragione di 0,3 ml per ogni 10 ml di liquido zuccherino. Nel recipiente A aggiungere immediatamente lo stesso volume in soda 12 N, vale a dire 0,3 ml per ogni 10 ml di liquido zuccherino, e procedere al dosaggio degli zuccheri riduttori seguendo il modo di operare indicato per il metodo descritto al capitolo « zuccheri riduttori ».

Il recipiente B, contenente il liquido zuccherino acidificato, viene posto in bagnomaria bollente per 2 minuti. Lasciare che il recipiente si raffreddi spontaneamente per 15 minuti. Aggiungere allora lo stesso volume di soda 12 N introdotto nel recipiente A e procedere al dosaggio.

La differenza fra le quantità di zuccheri riduttori trovate nel corso di questi due dosaggi, moltiplicata per 0,95, dà il tenore in saccarosio del campione prelevato. Esprimere questo tenore in grammi per litro di vino, tenendo conto delle diluizioni eventualmente effettuate nel corso della defecazione e del volume del campione di liquido zuccherino sottoposto al dosaggio.

6. CENERI

6.1. DEFINIZIONE

Con il termine « ceneri » si intende l'insieme dei prodotti ottenuti per incenerimento del residuo di evaporazione del vino, condotto in modo da ottenere la totalità dei cationi (ad esclusione dello ione ammonio) sotto forma di carbonati e di altri sali minerali anidri.

6.2. PRINCIPIO DEL METODO

Incenerimento dell'estratto del vino, effettuato fra 500 e 550 °C fino a combustione completa del carbonio.

La quantità di ceneri sarà espressa in grammi per litro e determinata con l'approssimazione di 0,03 g.

6.3. METODO UNICO

In una capsula di platino del diametro di 70 mm e dell'altezza di 25 mm, a fondo piatto, previamente tarata su una bilancia sensibile ad 1/10 di mg, porre 20 ml di vino. Evaporare con precauzione, preferibilmente su bagnomaria. Riscaldare il residuo a temperatura moderata, per circa mezz'ora, su una piastra refrattaria sotto un evaporatore all'infrarosso, fino a carbonizzazione. Allorché non si ha più emissione di vapore, porre la capsula in un forno elettrico ad aerazione continua, portato alla temperatura di 525 ± 25 °C.

Dopo 5 minuti di carbonizzazione completa, ritirare la capsula, aggiungere 5 ml d'acqua, che vengono successivamente fatti evaporare su bagnomaria o sotto evaporatore, e riscaldare di nuovo a 525 °C.

Se la combustione delle particelle carboniose non è terminata in 15 minuti, ricominciare le stesse operazioni di lavaggio delle particelle carboniose, di evaporazione dell'acqua e di ricalcinazione.

Nel caso di vini ricchi di zucchero, conviene, precedentemente alla prima calcinazione, aggiungere all'estratto alcune gocce di olio vegetale puro per impedire che il contenuto trabocchi. La durata della prima carbonizzazione dovrà essere portata a 15 minuti.

Dopo raffreddamento in essiccatore, si pesa la capsula. Moltiplicando il peso delle ceneri per 50 si ottiene il contenuto in ceneri del vino, espresso in grammi per litro.

7. ALCALINITÀ DELLE CENERI

7.1. DEFINIZIONE

Si denomina alcalinità totale delle ceneri la somma dei cationi diversi dall'ammonio combinati agli acidi organici del vino.

Si denomina alcalinità parziale delle ceneri l'alcalinità dovuta esclusivamente ai carbonati, ossidi e silicati contenuti in tali ceneri.

L'alcalinità del grammo di ceneri (o numero di alcalinità) si calcola dividendo l'alcalinità totale, espressa in grammi di carbonato di potassio, per il peso delle ceneri.

7.2. PRINCIPI DEI METODI

a) Alcalinità totale:

Titrimetria con acido solforico, retrotitolato dopo riscaldamento impiegando il metilarancio come indicatore.

b) Alcalinità parziale:

Titrimetria con acido solforico, retrotitolato in presenza di ioni cerosi in leggero eccesso e di un indicatore colorato il cui viraggio avvenga a pH 4,5.

Espressione dei risultati

L'alcalinità delle ceneri può essere espressa sia in milliequivalenti/litro determinati con l'approssimazione di 0,5, sia in grammi/litro di carbonato di potassio.

7.3. a) ALCALINITÀ TOTALE

METODO UNICO

Modo di operare

Dopo aver pesato le ceneri, aggiungere ad esse 10 ml di acido solforico 0,1 N e porre la capsula su bagnomaria bollente per un quarto d'ora, strofinando a più riprese il fondo della capsula con una bacchetta di vetro per provocare la dissoluzione delle particelle difficilmente solubili. Aggiungere poi due gocce di una soluzione di metilarancio all'1‰ e titolare l'eccesso di acido solforico con soda 0,1N, fino a viraggio al giallo dell'indicatore: sia n il volume di soda impiegato, espresso in ml.

Calcoli

L'alcalinità delle ceneri è uguale a:

$5(10 - n)$, espressa in milliequivalenti/litro,

$0,345(10 - n)$, espressa in g/l di carbonato di potassio.

L'alcalinità del grammo di ceneri (numero di alcalinità) è uguale al rapporto tra l'alcalinità, espressa in carbonato di potassio, ed il peso delle ceneri.

7.4. b) ALCALINITÀ PARZIALE

METODO UNICO

Soluzione

a) Indicatore composto: 0,04 g di metilarancio sono disciolti in 20 ml di acqua distillata, mentre 0,2 grammi di verde bromocresolo e 0,04 g di rosso metile sono disciolti in 80 ml di etanolo. Mescolare le due soluzioni. A pH 4,5 l'indicatore vira al grigio.

b) Soluzione di cloruro di cerio: sciogliere 10 grammi di $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ purissimo nella quantità di acqua distillata necessaria per ottenere 12,5 ml di soluzione, misurati in un cilindro graduato.

Modo di operare.

Si disciolgono le ceneri di 20 ml di vino in 10 ml di acido solforico N/10. Si porta ad ebollizione per eliminare la CO². Dopo raffreddamento, si aggiungono due gocce di indicatore composto e due gocce di cloruro di cerio (4 in caso di vini ricchi di fosfati), e si titola con idrossido di sodio 0,1 N sino a che l'indicatore vira al grigio. Per verificare se la quantità aggiunta di cloruro di cerio è sufficiente, aggiungere ancora una goccia di questa soluzione, e, se l'indicatore vira al rosso arancio, aggiungere ancora un poco di idrossido di sodio 0,1 N fino a viraggio al grigio.

Calcoli

Come sopra indicato per l'alcalinità totale.

8. ACIDITÀ TOTALE

8.1. DEFINIZIONE

L'acidità totale è la somma delle acidità titolabili allorché si porta il vino a pH 7 con l'aggiunta di una soluzione titolata alcalina. L'anidride carbonica e l'anidride solforosa libera e combinata non sono comprese nell'acidità totale.

Il vino viene liberato dall'anidride carbonica per agitazione a freddo sotto vuoto.

8.2. PRINCIPIO DEI METODI

Metodo di riferimento: Titrimetria potenziometrica.

Metodo usuale: Titrimetria, adoperando il blu di bromotimolo come indicatore di fine di reazione.

Espressione dei risultati

L'acidità totale è espressa in milliequivalenti/litro e determinata con l'approssimazione di due unità o in grammi per litro in acido tartarico.

8.3. METODO DI RIFERIMENTO

Modo di operare

- a) Eliminazione preliminare del gas carbonico e dell'anidride solforosa.

Occorre liberare il vino dal gas carbonico e dall'anidride solforosa che vi si trovano disciolti. A tal fine, porre 100 ml di vino in un pallone da 500 ml, sormontato da un refrigerante a riflusso. Dopo aver saturato di azoto l'interno del pallone, far bollire il vino per un'ora, facendo passare una lenta corrente di azoto. Lasciare l'apparecchio fino al raffreddamento del vino, senza interrompere l'arrivo dell'azoto.

- b) Titolazione

Porre in un becher 20 ml di vino ed aggiungere idrossido di sodio 0,1 N finché il pH, misurato con un elettrodo di vetro alla temperatura di 20 °C, raggiunga il valore di 7. L'aggiunta di idrossido di sodio va fatta lentamente e la soluzione va costantemente agitata. Durata dell'operazione: 5 minuti almeno.

Espressione dei risultati

Esprimere il risultato in milliequivalenti/litro o in grammi per litro in acido tartarico.

8.4. METODO USUALE

Occorre eliminare il gas carbonico del vino agitando 50 ml in un pallone da un litro nel quale si fa contemporaneamente il vuoto mediante una pompa a caduta d'acqua. L'agitazione deve durare 1—2 minuti, finché lo sviluppo del gas disciolto sia terminato. Da questo vino saranno prelevati 10 ml per la determinazione dell'acidità totale e 20 ml per l'acidità volatile.

Osservazione:

Poiché l'acidità totale del vino è misurata a pH 7 usando come indicatore il blu di bromotimolo, un saggio preliminare permette di stabilire uno standard di colorazione corrispondente a pH 7.

L'acidità dell'anidride solforosa libera e combinata viene detratta dalla formula stabilita utilizzando i volumi n' e n'' d'iodio 0,01 N utilizzati per l'ossidazione dell'anidride solforosa libera combinata trovata nel distillato dell'acidità volatile ottenuto a partire da 20 ml di vino (vedi tecnica di dosaggio dell'acidità volatile).

Soluzioni

- a) Idrossido di sodio 0,05 N esente da CO₂

- b) blu di bromotimolo

Alcole neutro 200 ml

Far sciogliere ed aggiungere

Acqua esente da CO₂ 200 ml

Idrossido di sodio N quanto basta per ottenere

colorazione azzurro-verde (pH 7) 7,5 ml circa

Acqua, quanto basta a 1 000 ml

c) - Soluzione tampone pH 7:

Fosfato monopotassico	107,3 g
Idrossido di sodio N	500 ml
Acqua, quanto basta a	1 000 ml

1. Saggio preliminare: Fissazione dello standard di colorazione — In un cristallizzatore da 12 centimetri di diametro, mettere 25 ml di acqua distillata bollita ed 1 ml di soluzione di blu di bromotimolo preparato con 4 grammi per litro, ed aggiungere 5 ml di vino privato dell'anidride carbonica. Neutralizzare con idrossido di sodio 0,05 N, aggiunta in quantità sufficiente per ottenere il viraggio al verde-azzurro. Aggiungere allora 5 ml della soluzione tampone a pH 7.
2. Dosaggio vero e proprio — In un cristallizzatore da 12 centimetri di diametro, mettere 30 ml di acqua distillata bollita, 1 ml di blu bromotimolo (soluzione contenente quattro grammi per litro), 5 ml di vino privato dell'anidride carbonica ed aggiungere idrossido di sodio 0,05 N fino ad ottenere una colorazione identica a quella ottenuta nel saggio precedente, ponendosi nelle stesse condizioni di osservazione.

Sia n il volume impiegato.

Calcoli

L'acidità totale viene espressa in milliequivalenti/litro

$$10n - 0,35 n' - 0,25 n''$$

o in grammi acido tartarico per litro:

$$0,75 (n - 0,035 n' - 0,025 n'')$$

Avvertenza:

1. Nel caso dei vini bianchi, rosati o rossi poco colorati, si può raddoppiare la quantità di vino. Si utilizzano allora 10 ml di vino e idrossido di sodio 0,1 N; le formule di calcolo sono le stesse.
2. Quando bisogna dosare parecchi vini della stessa origine, un solo standard di colorazione è sufficiente per tutti i dosaggi. In caso di dubbio, è sempre facile verificare, dopo il dosaggio, se il viraggio non cambia per aggiunta di alcuni ml della soluzione tampone a pH 7.

9. ACIDITÀ VOLATILE

9.1. DEFINIZIONE

L'acidità volatile è costituita dal complesso degli acidi grassi appartenenti alla serie acetica che si trovano nei vini, sia allo stato libero che allo stato salificato.

9.2. PRINCIPIO DEL METODO

Metodo unico — La separazione degli acidi volatili si effettua per distillazione in corrente di vapor d'acqua e rettifica dei vapori. Prima della distillazione, si acidifica il vino con acido tartarico (circa 0,5 g per 20 ml). Vanno prese tutte le precauzioni opportune ad evitare la presenza di anidride carbonica nel distillato. L'indicatore da adoperare è la fenolftaleina. L'acidità dell'anidride solforosa libera e combinata distillata non rientra nell'acidità volatile e dev'essere detratta dall'acidità del distillato, al pari dell'acidità dovuta all'acido sorbico eventualmente presente.

9.3. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

L'acidità volatile viene espressa in milliequivalenti/litro e determinata con l'approssimazione di 0,5.

METODO UNICO

Principio dell'apparecchio e del suo controllo

L'apparecchio si compone di un generatore di vapor d'acqua, di un gorgogliatore nel quale si mette il vino, di una colonna di rettifica e di un refrigerante.

Dato il gran numero di apparecchi che sono stati proposti o che si possono immaginare, e dinanzi alle difficoltà che sarebbero implicite nell'adozione di uno stesso modello di apparecchio per tutti gli operatori di tutti i paesi, appare preferibile e razionale fissare nel modo seguente le condizioni minime cui debbono sottostare tutti gli apparecchi e tutte le tecniche per consentire l'esatto dosaggio dell'acidità volatile secondo la definizione che è stata data:

1. il tenore di CO₂ nel vapor d'acqua prodotto dal generatore deve essere abbastanza basso perché 250 ml di distillato, addizionati di 0,1 ml di soda 0,1 N e di 2 gocce di fenolftaleina all'1% possano mantenere una colorazione stabile per almeno 10 secondi;
2. nelle normali condizioni d'uso, il 99,5% dell'acido acetico in soluzione acquosa messo nel gorgogliatore al posto del vino deve ritrovarsi nel distillato;
3. se si pone nel gorgogliatore una soluzione normale di acido lattico puro al posto del vino, il 5% al massimo di tale acido deve ritrovarsi nel distillato ottenuto nelle condizioni che permettono la distillazione del 99,5% dell'acidità acetica.

Qualunque apparecchio o tecnica che soddisfi a questi tre saggi successivi costituisce un apparecchio od una tecnica ufficiale internazionale.

I due apparecchi qui appresso descritti rispondono alle condizioni indicate: il primo conviene ai laboratori di attività limitate, il secondo è destinato ai laboratori dove un gran numero di misure di acidità volatile debbono essere effettuate ogni giorno e nei più brevi termini.

1. APPARECCHIO PICCOLO

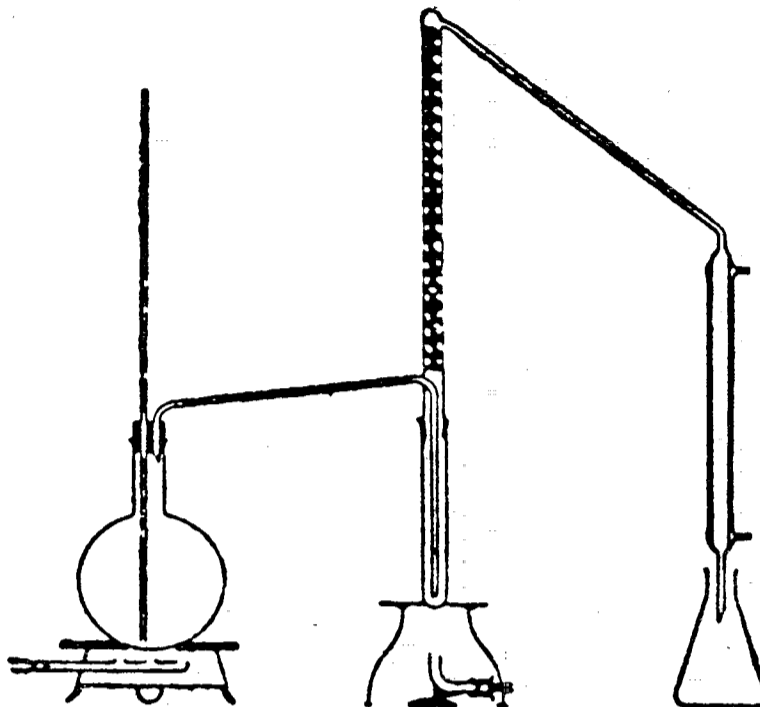
Il vapore è prodotto in un pallone da 1 500 ml. Il gorgogliatore è costituito da un tubo cilindrico di 3 cm di diametro e di 27 cm di altezza. Detto tubo viene riscaldato elettricamente o mediante una fiamma, allontanando i gas di combustione con un disco di lamiera da 15 cm di diametro, provvisto di un foro da 29 mm di diametro nel quale è inserito il fondo del tubo gorgogliatore. Tale dispositivo evita la pirogenazione delle sostanze estrattive del vino. Questo riscaldamento ausiliare dev'essere regolato in modo tale che il volume del vino non diminuisca né aumenti di più di 5 ml durante il passaggio della corrente di vapore. Il tubo di adduzione del vapore deve terminare ad 1 cm al di sopra del fondo del gorgogliatore.

Il vapore carico di acidi volatili passa poi in una colonna di rettifica costituita da un tubo cilindrico di 20 mm di diametro e di 50 cm di altezza, contenente un'elica di tela di acciaio inossidabile pieghettata (n. 100) con un passo di 15 mm.

Il vapore si condensa in un refrigerante di West di 40 cm di lunghezza attiva posto verticalmente.

Modo di operare

Alimentare il generatore di vapore con acqua di calce od acqua di barite limpida. Porre nel gorgogliatore 20 ml di vino previamente privato di gas carbonico per agitazione sotto vuoto a temperatura ordinaria. Aggiungere al vino 0,5 g circa di acido tartarico. Raccogliere 250 ml di distillato nel tempo di 12—15 minuti.



Piccolo apparecchio per la distillazione dell'acidità volatile

Titolazione

Titolare l'acidità con idrossido di sodio 0,1 N in presenza di 2 gocce di soluzione di fenolftaleina all'1% in alcole neutro; sia n il volume in ml della soluzione alcalina usata. Subito dopo la titolazione acidimetrica, ripristinare l'ambiente acido per addizione di una goccia di acido cloridrico puro. Aggiungere 2 ml di salda d'amido; un cristallo di ioduro di potassio e titolare l'anidride solforosa libera con una soluzione 0,01 N di iodio; sia n' il volume in ml adoperato. Aggiungere allora 20 ml di soluzione satura di borace (la soluzione ritorna color rosa pallido), poi titolare con la soluzione 0,01 N di iodio fino a ricolorazione della salda d'amido. Sia n'' il volume di iodio impiegato durante questa seconda titolazione, che ha permesso di determinare l'anidride solforosa combinata con l'acetaldeide.

L'acidità volatile espressa in milliequivalenti per litro è uguale a:

$$5(n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

Osservazione I:

Nel caso di campioni stabilizzati con acido salicilico, l'acido salicilico trascinato, misurato per colorimetria ad un pH uguale a $3 \pm 0,5$, deve essere detratto da questo valore.

Osservazione II:

Nel caso di vini addizionati di acido sorbico, conviene dosare quest'acido su una piccola parte del distillato prelevato prima di ogni titolazione, poiché esso distilla quasi integralmente assieme all'acido acetico. Misurare con un cilindro graduato il volume di questo distillato (da 250 a 300 ml).

Prelevare 0,5 ml di distillato, che si pone nella cella di quarzo da 1 cm di spessore destinata alle misure spettrofotometriche, ed aggiungere 1,5 ml di una soluzione A corrispondente alla seguente composizione ⁽¹⁾:

A	{	NaH CO ₃	0,5 g
		Cu SO ₄ .5H ₂ O	0,001 g
		Acqua, q.b.a	1 000 ml

Lasciare la cella all'aria per qualche minuto, poi misurare la densità ottica a 256 nm, in confronto con acqua, dopo aver tarato l'apparecchio con una soluzione di acido sorbico contenente 20 mg/l ⁽²⁾, della quale si pongono 0,5 ml nella cella da 1 cm assieme ad 1,5 ml di soluzione A.

⁽¹⁾ Questa soluzione è destinata a favorire l'ossidazione da parte dell'ossigeno atmosferico dell'SO₂ distillata, la quale dà un notevole assorbimento a 256 nm.

⁽²⁾ Soluzione preparata mettendo 20 mg di acido sorbico in un pallone da 1 litro assieme a 900 ml di acqua calda, agitando, lasciando raffreddare e portando ad 1 litro. Si possono anche sciogliere 26,8 mg di sorbato di potassio nell'acqua fredda.

Questo metodo è valido per tenori da 10 a 300 mg/l di acido sorbico. L'errore che incide su questa misura è dell'1 % circa.

Un grammo di acido sorbico corrisponde ad 8,92 ml di soluzione normale ed a 0,438 g di acido solforico. Per qualsiasi vino al quale siano aggiunti 200 mg/l di acido sorbico, la detrazione da apportare all'acidità volatile è di 1,8 milliequivalenti.

2. APPARECCHIO PER DISTILLAZIONE RAPIDA

Il generatore di vapore è costituito da una caldaia di rame della capacità di 20 l, alimentata in modo continuo con acqua di calce diluita limpida. Il suo riscaldamento è abbastanza energico da poter produrre un kg di vapore in 12 minuti sotto una pressione di 50 cm d'acqua al massimo.

Il gorgogliatore e la colonna rettificatrice che lo sormontano sono composti come segue. Il gorgogliatore consiste in un tubo ad U: uno dei bracci di esso costituisce il tubo di adduzione del vapore (diametro interno minimo = 10 mm), collegato alla condotta di vapore della caldaia. Il secondo braccio si compone di una parte cilindrica di 26 mm di diametro e di 100 mm di altezza, sul cui fondo il vapore sbocca attraverso una piastra alettata. A questo cilindro sono saldate due bolle sovrapposte, una da 500, l'altra da 1 000 ml. Il vino è introdotto da una tubazione laterale munita di tappo. Nella parte più bassa del tubo ad U si trova un'apertura, attraverso la quale il liquido residuo è convogliato allo scarico alla fine dell'operazione. Durante il funzionamento, quest'apertura è chiusa mediante una leva che appoggia contro di essa un tampone di gomma. La parte cilindrica è riscaldata elettricamente con una resistenza di acciaio al nickel-cromo (350 watt e 24 volt) per evaporare l'acqua mano a mano che essa si condensa nella colonna rettificatrice.

La colonna rettificatrice è una colonna ad elica in tela metallica crespata di acciaio inossidabile n. 100, dell'altezza di 80 cm e del diametro interno di 20 mm.

Il refrigerante è costituito da un tubo in acciaio inossidabile raffreddato con un manicotto ad acqua corrente di piccolo spessore.

Quest'apparecchio può essere munito di diversi dispositivi di comando simultaneo e di interruttori che permettano di evitare le false manovre e ne rendano il funzionamento semi-automatico qualora lo si ritenga utile. In questo apparecchio si possono ottenere 250 ml di distillato in 4 minuti.

Il dosaggio viene eseguito nella maniera precedentemente descritta.

10. ACIDITÀ FISSA

L'acidità fissa è determinata per differenza fra l'acidità totale e l'acidità volatile.

11. ACIDO TARTARICO

11.1. PRINCIPI DEI METODI

a) Metodo di riferimento

L'acido tartarico, precipitato sotto forma di racemato di calcio, viene dosato per via ponderale. Tale dosaggio può essere completato da un dosaggio volumetrico di confronto. Le condizioni di precipitazione (pH, volume totale impiegato, concentrazioni degli ioni precipitanti) sono tali che il racemato di calcio precipita quantitativamente, mentre il tartrato di calcio levogiro rimane in soluzione.

Quando il vino è stato addizionato di acido metatartarico, quest'ultimo deve essere previamente idrolizzato.

b) Primo metodo usuale

L'acido tartarico, isolato mediante una colonna scambiatrice di anioni, è dosato colorimetricamente nell'eluato grazie alla colorazione rossa cui esso dà luogo con l'acido vanadico. Questo eluato contiene anche gli acidi lattico e malico, che non interferiscono nell'analisi.

Espressione dei risultati

La quantità di acido tartarico viene espressa in milliequivalenti per litro od in grammi per litro di tartrato acido di potassio. Precisione della misura: 0,5 milliequivalenti per litro.

11.2. METODO DI RIFERIMENTO

Reattivi

— Soluzione di acetato di calcio, contenente 10 g/l di calcio:

carbonato di calcio puro	25 g,
acido acetico glaciale	40 ml,
acqua q.b.a.	1 litro.

— Racemato di calcio cristallizzato:

in un becher da 400 ml introdurre 20 ml di una soluzione di acido tartarico destrogiro contenente 5 g/l, 20 ml di una soluzione di tartrato di ammonio levogiro contenente 6,126 g/l e 6 ml della soluzione di acetato di calcio contenente 10 g/l di calcio.

Lasciar precipitare per due ore. Raccogliere il precipitato su un crogiuolo filtrante di porosità n. 4 e lavorarlo in tre riprese con 30 ml circa di acqua distillata. Essiccare in stufa a 70 °C fino a peso costante. Con le quantità di reattivo adoperate si ottengono circa 340 mg di racemato di calcio cristallizzato. Conservare in recipiente chiuso.

— Soluzione precipitante (pH: 4,75):

tartrato di ammonio levogiro	150 mg,
soluzione di acetato di calcio contenente 10 g/l di calcio	8,8 ml,
acqua q.b.a.	1 litro.

Sciogliere il tartrato di ammonio levogiro in 900 ml di acqua; aggiungere 8,8 ml di soluzione di acetato di calcio e portare ad un litro. Poiché il racemato di calcio è leggermente solubile in questo liquido, è opportuno aggiungere 5 mg/l di racemato di calcio, agitare per 12 ore e filtrare.

Modo di operare

In un becher da 600 ml, porre 500 ml di soluzione precipitante e 10 ml di vino. Mescolare strofinando le pareti del becher con le estremità di una bacchetta di vetro. Lasciar precipitare per 12 ore (una notte).

Filtrare su crogiuolo filtrante di porosità n. 4, tarato e collocato su una beuta da vuoto pulita, facendo in modo che il liquido porti con sé il precipitato. Risciacquare col filtrato il recipiente di precipitazione, in maniera da raccogliere le ultime particelle di precipitato.

Essicare in stufa a 70 °C fino a peso costante. Pesare: sia p il peso di racemato di calcio tetraidrato, $\text{Ca}_4\text{O}_6\text{H}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$.

Vini addizionati di acido metatartarico

In caso di presenza effettiva o sospetta di acido metatartarico nel vino, procedere all'idrolisi di tale acido nelle condizioni seguenti:

in una beuta da 50 ml porre 10 ml di vino e 0,4 ml di acido acetico glaciale. Chiudere la beuta con un tappo fornito di paraspruzzi e far bollire per 30 minuti. Dopo raffreddamento, travasare in un becher il liquido contenuto nella beuta; risciacquare per due volte la beuta con 5 ml d'acqua e proseguire come indicato più sopra.

Nel calcolo finale, l'acido metatartarico viene computato come acido tartarico.

Calcolo ed espressioni dei risultati

Una molecola di racemato di calcio corrisponde a mezza molecola di acido tartarico destrogiro nel vino.

La quantità di acido tartarico per litro di vino è uguale a:

- 384,5 p espressa in milliequivalenti,
- 28,84 p espressa in grammi di acido tartarico,
- 36,15 p espressa in grammi di tartrato acido di potassio.

DOSAGGIO VOLUMETRICO DI CONFRONTO

Reattivi

0,2 N acido cloridrico (82 g/l circa)

Soluzione di complessone III 0,05 M:

complessone III (sale disodico biidrato dell'acido etilendiamminotetraacetico)	18,61 g;
acqua distillata q.b.a.	1 litro.

Liscivia di soda al 40 % (p/v):

idrossido di sodio puro	40 g;
acqua distillata q.b.a.	100 ml.

Indicatore all'acido calconcarbossilico:

acido calconcarbossilico (acido 2-idrossi-4-sulfo-1-naftilazo-3-naftoico)	1 g;
solfato di sodio anidro	100 g.

Modo di operare

Il precipitato di racemato di calcio contenuto nel crogiuolo viene disciolto dopo pesata in 10 ml di acido cloridrico diluito.

Lavare il crogiuolo filtrante con 50 ml di acqua distillata.

Aggiungere 5 ml di liscivia di soda al 40 % e 30 mg di indicatore.

Titolare col complessone III 0,05 M. Sia n il numero di ml impiegati.

Calcolo ed espressione dei risultati

La quantità di acido tartarico per litro di vino è uguale a:

- 5 n espressa in milliequivalenti,
- 0,375 n espressa in grammi di acido tartarico.

aperto al massimo il rubinetto, lasciar defluire di nuovo il liquido fino a 2—3 mm al di sopra del tampone di lana di vetro superiore. Ripetere altre 4 volte questa operazione di lavaggio con 10 ml di acido acetico allo 0,5 %, riempiendo ogni volta la colonna fino al segno di riferimento.

Dopo l'ultimo lavaggio, tenendo chiuso il rubinetto, si versano sullo scambiatore 10 ml di vino o di mosto (il tenore in zucchero, in alcole, in materie coloranti od in tannini non dev'essere preso in considerazione).

Lasciar defluire il vino goccia a goccia, in modo da non superare un flusso di 1—1,5 gocce al secondo (ciò che corrisponde ad una quantità di 25—30 ml in 10 minuti), sospendendo il deflusso immediatamente al di sopra del livello del tampone superiore di lana di vetro. Riempire di nuovo il tubo con acido acetico allo 0,5 % fino al segno di riferimento. Lasciar defluire allo stesso ritmo di prima, e lavare poi ancora 7 volte allo stesso modo impiegando ogni volta 10 ml d'acqua. Si raccomanda di effettuare i lavaggi con acqua mediante una spruzzetta a mano, bagnando le pareti del tubo fino al segno di riferimento.

All'ultimo lavaggio, chiudere il rubinetto appena il livello del liquido si trova un poco al di sotto del tampone superiore di lana di vetro.

Utilizzare poi come ricevitore un matraccio tarato da 100 ml. Eluire gli acidi fissati sullo scambiatore mediante la soluzione di solfato di sodio 0,5 M, fino a raggiungere il segno di riferimento. A tal fine, si potrà utilizzare il seguente dispositivo pratico. Una bottiglia munita di tubolatura inferiore riempita della soluzione 0,5 M di solfato sodico è collegata alla colonna scambiatrice per mezzo di un tubo in gomma (provvisto di una pinza a vite regolabile, di un tubo affilato e di un tappo di gomma). Collegati così i due apparecchi, aprire la pinza a vite, sollevare un poco il tappo di gomma per consentire lo scorrimento della soluzione di solfato di sodio fino a riempire il tubo contenente lo scambiatore per un'altezza di circa 10 cm: il collegamento fra gli apparecchi è così definitivamente ed ermeticamente stabilito. Aprendo il rubinetto, la soluzione di solfato di sodio defluisce dal basso alla stessa velocità con la quale il tubo si riempie. Regolare il deflusso al ritmo di 2—3 gocce al secondo, lasciando il sistema a sé stesso fino a che il matraccio di raccolta sia pieno fino al segno.

Dosaggio dell'acido tartarico

In due beute A e B, da 100 ml, introdurre 20 ml di eluato.

La beuta A serve per la misura; la beuta B, nella quale l'acido tartarico viene distrutto mediante l'acido periodico, costituisce la prova testimone.

Introdurre nella beuta A, 2 ml di H_2SO_4 2N, 5 ml di H_2SO_4 N/10 ed 1 ml di glicerolo al 10 %.

Nella beuta B, introdurre 2 ml di H_2SO_4 2N, 5 ml di acido periodico 0,05 M; attendere 15 minuti; aggiungere 1 ml di soluzione di glicerolo al 10 % per distruggere l'eccesso di acido periodico. Aspettare 2 minuti.

Versare allora agitando, dapprima nella beuta B ed immediatamente dopo nella beuta A, 5 ml di reattivo vanadico. Far scattare immediatamente un cronometro ed introdurre il contenuto delle beute A e B nelle celle a facce parallele da 10 mm di spessore dello spettrofotometro. Dopo 1 minuto e 30 secondi, misurare la densità ottica a 490 nm del liquido proveniente dalla beuta A (misura), dopo avere regolato l'apparecchio per ottenere la trasmissione al 100 % con la cella contenente il liquido testimone (beuta B).

Preparazione della curva di taratura

Prelevare 10, 20, 30, 40 e 50 ml della soluzione di acido tartarico contenente 1 g/l di cui la preparazione è indicata alla pagina 49.

Introdurli in matracci tarati da 100 ml e portare a segno con la soluzione di solfato sodico al 7,1 %. Si ottengono così delle soluzioni che corrispondono ad eluati di vini contenenti 1, 2, 3, 4 e 5 grammi di acido tartarico per litro.

In due serie di beute A e B da 100 ml, introdurre 20 ml di ciascuna delle soluzioni titolate di acido tartarico e trattarle come sopra descritto per l'eluato di vino.

La rappresentazione grafica delle densità ottiche di queste soluzioni in funzione del tenore in acido tartarico è una retta che si incurva leggermente verso il punto zero. Si raccomanda perciò di disegnare con maggiore precisione questa parte della curva, sottoponendo alla misura soluzioni che contengano 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1 grammo per litro di acido tartarico.

12. ACIDO CITRICO

METODO UNICO

12.1. PRINCIPIO

L'acido citrico è precipitato con ione di bario in ambiente idroalcolico e alcalino. Dopo decolorazione della soluzione acquosa del precipitato di bario con il carbone attivo, o l'ossido con l'acetato di piombo IV; si forma in presenza di acido diazosolfanilico un composto giallo che si dosa colorimetricamente a 420 nm.

12.2. REATTIVI⁽¹⁾

- Ammoniaca concentrata: $\rho_{20} = 0,910$.
- Soluzione di cloruro di bario al 20% ; sciogliere in acqua distillata 20 g di cloruro di bario, $\text{BaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ z, di purezza analitica, e portare a 100 ml.
- Liquido di lavaggio: mescolare 140 ml d'acqua con 300 ml di alcole a 96°.
- Soluzione di solfato sodico al 7,1% : sciogliere in acqua 71 g di solfato di sodio anidro per analisi e portare a 1 l.
- Carbone attivo.
- Soluzione di acetato di sodio al 27% : sciogliere in acqua 270 g di acetato di sodio anidro per analisi e portare a 1 l.
- Soluzione di nitrito di sodio al 2% : sciogliere in acqua 2 g di nitrito di sodio cristallizzato per analisi e portare a 100 ml (in bottiglie di vetro bruno questa soluzione si conserva a lungo).
- Soluzione di acido solfanilico: sciogliere 1,5 g di acido solfanilico in 50 ml di acido acetico glaciale e portare a 250 ml con acqua. Agitare spesso dopo la preparazione e lasciar riposare per una notte in bottiglie di vetro bruno; questa soluzione si conserva illimitatamente.
- Soluzione satura di acetato di piombo IV: in una bottiglia di vetro bruno, sciogliere circa 50 g di acetato di piombo IV (piombo tetraacetato, umettato di acido acetico glaciale) con circa 250 ml di acido acetico glaciale. Lasciar depositare la porzione indisciolta di tetraacetato di piombo finché il liquido sovrastante sia limpido. In bottiglie di vetro bruno, la soluzione si conserva indefinitivamente. Quando si è utilizzato il liquido limpido superiore è possibile ricostituire una nuova soluzione satura impiegando acido acetico glaciale.
- Soluzione di acetato di piombo IV all'1% : prelevare 5 ml della soluzione satura di acetato di piombo IV; porli in una beuta da 250 ml ed aggiungere in una sola volta 50 ml di una soluzione di ioduro di potassio al 10%. Titolare immediatamente con una soluzione 0,1 N di tiosolfato sodico in presenza di salda d'amido. Sia n il numero di ml impiegati. Prelevare un volume di soluzione satura di acetato di piombo IV pari a $\frac{2,25 \times 1\,000}{n}$ ml e portare a 1 l con acido acetico glaciale. In bottiglie di vetro bruno, questa soluzione si conserva indefinitamente.

12.3. MODO DI OPERARE

Isolamento dell'acido citrico

In un tubo da centrifuga della capacità di 50 ml introdurre 5 ml di vino o di mosto, 1 ml di ammoniaca concentrata e 1 ml di cloruro di bario al 20%. Mescolare con una bacchetta di vetro. Dopo 2 minuti circa, aggiungere 15 ml di alcole a 96° e mescolare di nuovo con la bacchetta di vetro. Aspettare 5 minuti, poi centrifugare per 3—4 minuti. Scartare il liquido superiore, poi lavare il precipitato nel modo seguente: prelevare 2 ml di liquido di lavaggio con una pipetta da 2 ml, applicare la punta della pipetta sull'alto della parete interna del tubo, vuotare la pipetta soffiando e imprimere contemporaneamente alla provetta una rotazione sul suo asse. Portare allora in sospensione il precipitato con una bacchetta di vetro provvista di un gommino liscio. Risciacquare due volte il gommino con 2 ml di liquido di lavaggio, soffiando energicamente nella pipetta perché il getto di liquido asporti le particelle di precipitato aderenti al gommino. Centrifugare di nuovo; scartare il liquido limpido superiore. Effettuare un secondo lavaggio del precipitato.

Coprire poi il precipitato, ancora umido del liquido alcolico di lavaggio, con 10 ml circa della soluzione di solfato sodico al 7,1%. Porre, per 10 minuti, il tubo da centrifuga in bagnomaria bollente, continuando a disgregare il precipitato con una bacchetta di vetro, in modo che non rimangano grumi.

⁽¹⁾ I reattivi utilizzati devono essere molto puri: quando si procede alla serie di operazioni sopra descritte in assenza di acido citrico, non si deve avere alcuna precipitazione o colorazione.

Travasare quantitativamente il contenuto ancora caldo del tubo in un pallone tarato da 50 ml, servendosi della soluzione di solfato di sodio al 7,1%. Lasciar raffreddare e portare a segno con la soluzione di solfato di sodio, mescolare e versare il contenuto nel pallone in una beuta da 100 ml contenente 0,2 g di carbone attivo. Agitare. Lasciare riposare 5 minuti e filtrare su filtro a grana stretta. Si ottiene così la soluzione da dosare, contenente l'acido citrico del vino o del mosto diluito 1/10.

Dosaggio dell'acido citrico

Porre 2 porzioni da 10 ml di soluzione d'acetato di sodio al 27% in due beute, A e B, da 50 ml. Aggiungere in ciascuna beuta 2 ml della soluzione da dosare. Preparare la soluzione di diazotazione aggiungendo 5 ml della soluzione di acido solfanilico ad 1 ml della soluzione di nitrito di sodio, agitando costantemente. Sempre agitando, versare nella beuta A 2 ml della soluzione di diazotazione, poi 5 ml di acido acetico glaciale, e nella beuta B 2 ml di soluzione di diazotazione e 5 ml della soluzione di acetato di piombo IV all'1%; fare scattare immediatamente un cronometro regolato su 13 minuti esatti. Dopo 5 minuti circa, filtrare il contenuto delle beute A e B su filtri rapidi a pieghe. Poco prima dello scadere dei 13 minuti, versare i filtrati in due vaschette a facce parallele con percorso ottico di 30 mm, e porle nello spettrofotometro. Appena scaduti i 13 minuti, misurare l'assorbimento a 420 nm del liquido proveniente dalla beuta B; il liquido proveniente dalla beuta A servirà da « bianco ».

Se la soluzione da dosare è troppo ricca in acido e l'assorbimento è troppo elevato, diluire tale soluzione con la soluzione di solfato di sodio al 7,1%.

Riferirsi alla curva di taratura che indica il tenore del vino in g/l di acido citrico ($C_6H_8O_7 \times H_2O$).

Costruzione della curva di taratura

Sciogliere 273,4 mg di acido citrico monoidrato $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, (= 250 mg $C_6H_8O_7$) nella soluzione di solfato di sodio al 7,1%; portare a 100 ml con tale soluzione. Prelevare 10 ml della soluzione ottenuta e portare a 100 ml con la soluzione di solfato sodico. Con tale soluzione, preparare la seguente serie di diluizioni, portando ogni volta al volume indicato con la soluzione di solfato sodico al 7,1%:

5 ml — 200 ml
5 ml — 100 ml
5 ml — 50 ml
10 ml — 50 ml
20 ml — 50 ml.

Le singole diluizioni corrispondono alle soluzioni da dosare provenienti da vini contenenti 0,0625 — 0,125 — 0,250 — 0,500 — 1 g/l di acido citrico $C_6H_8O_7$.

Prelevare 2 ml di ciascuna diluizione e porli nelle beute A e B; proseguire le operazioni come sopra indicato.

Sottoponendo alla misura 2 ml della soluzione di solfato di sodio posta nelle beute A e B ed operando in maniera identica, si ottiene lo « zero » della curva.

La rappresentazione grafica degli assorbimenti delle soluzioni in funzione del tenore in acido citrico non è lineare, ma brevemente incurvata.

13. ANIDRIDE SOLFOROSA

13.1. DEFINIZIONE

Si definisce anidride solforosa libera l'anidride solforosa allo stato di SO_2 ed allo stato di combinazioni inorganiche H_2SO_3 , HSO_3 ed SO_3 . Si definisce anidride solforosa combinata la differenza fra l'anidride solforosa totale e l'anidride solforosa libera.

13.2. PRINCIPI DEI METODI

a) Metodo di riferimento:

L'anidride solforosa, trascinata da una corrente di aria o di azoto, viene fissata ed ossidata per gorgogliamento in una soluzione diluita e neutra di acqua ossigenata. L'acido solforico formato si dosa mediante una soluzione titolata di idrossido di sodio.

Il trascinamento a freddo (10°C) assicura l'estrazione ed il dosaggio della sola anidride solforosa libera. A caldo (100°C circa) si trascina e si dosa l'anidride solforosa totale.

b) Metodo usuale:

aa) Anidride solforosa libera: titolazione iodometrica diretta con titolazione correttiva sullo stesso vino, la cui anidride libera sarà stata combinata con un eccesso di etanale o di propanale.

bb) Anidride solforosa combinata: Titolazione iodometrica dopo doppia idrolisi alcalina sul vino la cui anidride libera è stata ossidata nel corso della sua titolazione iodometrica.

Espressione dei risultati

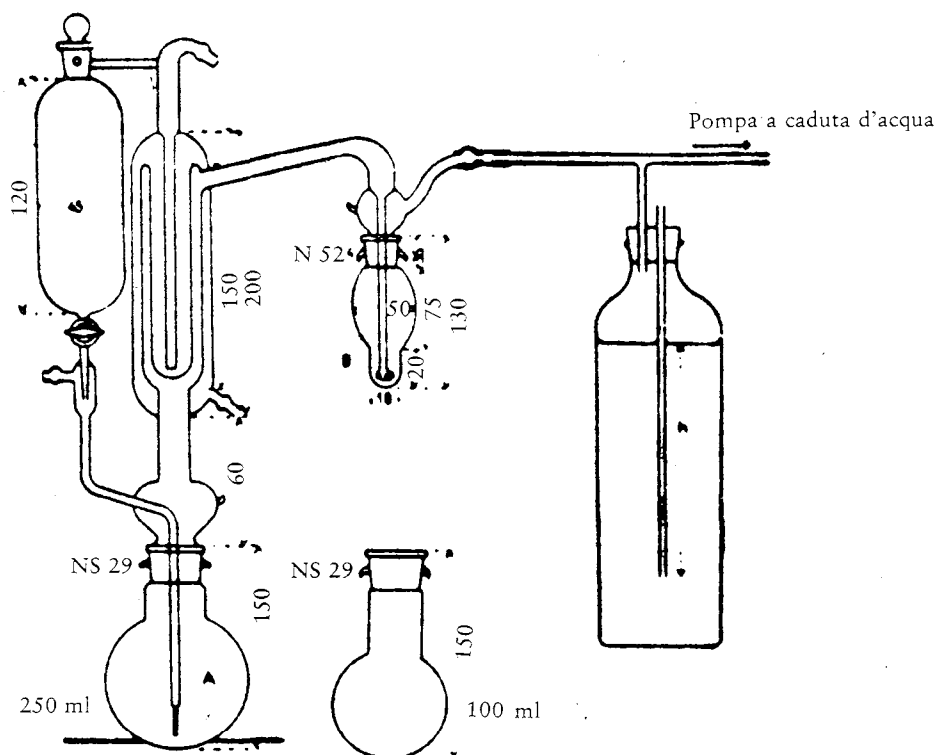
La quantità di anidride solforosa sarà espressa in mg/l di anidride solforosa e determinata con l'approssimazione di 10 mg/l.

13.3. METODO DI RIFERIMENTO

ANIDRIDE SOLFOROSA LIBERA E COMBINATA

Apparecchio

L'apparecchio utilizzato dev'essere conforme allo schema qui appresso riportato, principalmente per quel che riguarda il refrigerante.



Le dimensioni sono indicate in millimetri. I diametri interni dei quattro tubi concentrici che costituiscono il refrigerante sono 45, 34, 27 e 10 mm

Il tubo di adduzione dei gas nel gorgogliatore « B » termina con una sferetta da 1 centimetro di diametro, portante sulla sua circonferenza massima orizzontale, 20 fori del diametro di 0,2 mm. Esso può ugualmente terminare con una piastra di vetro sinterizzato che assicuri la formazione di un gran numero di bolle molto piccole, realizzanti un buon contatto tra le fasi gassosa e liquida.

La portata del gas che deve percorrere l'apparecchio dev'essere di circa 40 litri all'ora. La bottiglia posta a destra dell'apparecchio è destinata a limitare al valore di 20—30 centimetri di acqua la depressione prodotta dalla pompa a caduta d'acqua. Per poter regolare questa depressione in modo che la portata sia corretta, è utile intercalare un flussimetro a tubo semicapillare fra il gorgogliatore e la bottiglia.

Soluzioni

- Acido fosforico al 25 % (p/V)
- Acqua ossigenata a 0,3 volumi
- Reattivo indicatore:
 - rosso metile 100 mg
 - blu di metilene 50 mg
 - alcole a 50° 100 ml
- Idrossido di sodio 0,01 N

Modo di operare

Prima del dosaggio dell'anidride libera e combinata il vino dev'essere mantenuto per quattro giorni a 20 °C in bottiglia piena e tappata.

Questa precauzione è inutile se si vuole dosare soltanto l'anidride totale.

Dosaggio dell'anidride solforosa libera

Nel pallone « A » da 100 ml dell'apparecchio da trascinamento introdurre 10 ml di vino e 5 ml di acido fosforico al 25 %. Inserire il pallone. Si utilizza un pallone « A » da 250 ml allorché s'impiega un volume più grande di vino (20 o 50 ml), se quest'ultimo è molto povero in anidride solforosa.

Il pallone « A » dev'essere immerso in un bagno alla temperatura di 10 °C.

Nel gorgogliatore « B », porre da 2 a 3 ml di acqua ossigenata a 0,3 volumi e due gocce di reattivo indicatore, e neutralizzare l'acqua ossigenata con l'idrossido di sodio 0,01 N.

Adattare il gorgogliatore all'apparecchio.

Far poi gorgogliare l'aria (o l'azoto) per 12—15 minuti.

L'anidride solforosa libera trascinata viene ossidata ad acido solforico. Togliere il gorgogliatore dall'apparecchio e titolare l'acido formato con la soluzione di idrossido di sodio 0,01 N.

Sia n il numero di ml usati.

Dosaggio dell'anidride solforosa combinata

Una volta finito il dosaggio dell'anidride solforosa libera, porre di nuovo nel gorgogliatore « B » 2—3 ml di acqua ossigenata, neutralizzare come in precedenza e portare all'ebollizione il vino contenuto nel pallone « A » con una piccola fiamma dell'altezza di 4—5 centimetri, che deve lambire direttamente il fondo del pallone. Non porre sotto il pallone una tela metallica, ma posarlo su un disco provvisto di un foro da 30 millimetri di diametro. Si evita così la pirogenazione delle sostanze estrattive del vino sulle pareti del pallone.

Mantenere l'ebollizione durante il passaggio della corrente d'aria (o di azoto). Entro 12—15 minuti, l'anidride solforosa combinata sarà stata trascinata ed ossidata. Dosare l'acido solforico formato con la soluzione 0,01 N di idrossido di sodio.

Sia n' il numero dei ml adoperati.

Dosaggio dell'anidride solforosa totale

L'anidride solforosa totale si ottiene facendo la somma dell'anidride solforosa libera e dell'anidride combinata.

L'anidride solforosa totale può anche essere determinata direttamente portando subito all'ebollizione durante il passaggio della corrente d'aria, i 10 ml di vino prelevati.

L'anidride solforosa libera e l'anidride solforosa combinata sono trascinate nello stesso tempo, e l'acido solforico formato corrisponde all'anidride solforosa totale.

Sia n'' il numero di ml di soluzione 0,01 N d'idrossido di sodio utilizzati.

Calcolo

Anidride solforosa libera, espressa in mg/l:	32 n.
Anidride solforosa combinata, espressa in mg/l:	32 n'.
Anidride solforosa totale, espressa in mg/l:	32 (n + n'), oppure 32 n'''.

Avvertenza:

Se il vino contiene più di 2 grammi di acido acetico per litro (caso dell'aceto in particolare), si doserà l'acido acetico eventualmente trascinato dal gas nel gorgogliatore. Questo trascinamento è notevole se la corrente di gas è troppo rapida. Dopo il dosaggio acidimetrico del contenuto del gorgogliatore, si aggiunge ad esso un cristallo di acido tartarico e lo si tratta con corrente di vapore d'acqua nell'apparecchio usato per la distillazione dell'acidità volatile. L'acidità volatile così misurata viene detratta dal dosaggio acidimetrico dell'anidride solforosa.

13.4. METODO USUALE**ANIDRIDE SOLFOROSA LIBERA E COMBINATA****ANIDRIDE SOLFOROSA TOTALE****Soluzioni**

- Idrossido di sodio 4 N (160 g/l).
- Acido solforico diluito 1/10 in volume (180 g/l).
- Salda d'amido contenente 2,5 grammi per litro. In un mortaio, impastare 2,5 g di amido solubile e 10 milligrammi di ioduro mercurico, insieme alla quantità d'acqua necessaria per ottenere una pasta fluida. Introdurre quest'ultima in 1 litro d'acqua in piena ebollizione, che si manterrà per 10 minuti. Il liquido ottenuto è limpido. Se necessario filtrare.
- Iodio 0,05 N.
- Tiosolfato di sodio 0,01 N.

Modo di operare

In una beuta da 500 ml porre:

- 50 ml di vino,
- 3 ml di H₂SO₄ diluito 1/10,
- 5 ml di salda d'amido,
- 30 mg di versenato di sodio (complesso III).

Titolare con lo iodio 0,05 N finché la colorazione azzurra, dapprima fugace, persista nettamente per 10—15 secondi ⁽¹⁾. Siano n i ml di iodio utilizzati.

Aggiungere 8 ml della soluzione 4 N d'idrossido di sodio, agitare una sola volta e lasciare a contatto per cinque minuti. Aggiungere in un sol colpo, agitando energicamente, il contenuto di un piccolo becher nel quale siano stati posti in precedenza 10 ml di acido solforico diluito 1/10. Titolare immediatamente con lo iodio 0,05N: sia n' il volume di iodio impiegato ⁽¹⁾.

Aggiungere 20 ml di idrossido di sodio 4 N e lasciare a contatto per 5 minuti dopo avere agitato una sola volta. Diluire con 200 ml d'acqua la più fredda possibile.

Agitando energicamente, aggiungere versando in un sol colpo il contenuto di un becher contenente 30 ml di acido solforico diluito 1/10. Titolare l'anidride solforosa libera con lo iodio 0,05 N. Sia n'' il volume di iodio impiegato ⁽¹⁾.

Poiché certe sostanze sono ossidate dallo iodio in ambiente acido, è necessario — per dosaggi più precisi — valutare la quantità di iodio consumata in tale ossidazione. A tal fine, bisogna bloccare l'anidride solforosa libera con un eccesso di etanale o di propanale prima di trattare il vino con lo iodio. A 50 ml di vino, posti in una beuta di 300 ml, aggiungere 5 ml di una soluzione di etanale contenente 7 g per litro, oppure 5 ml di una soluzione di propanale contenente 10 g per litro.

Tappare e lasciar riposare almeno trenta minuti. Aggiungere 3 ml di acido solforico diluito 1/10, nonché iodio 0,05N in quantità sufficiente per far virare la salda d'amido. Sia n''' il volume di iodio adoperato ⁽²⁾.

⁽¹⁾ Se l'esatto viraggio dell'amido è stato superato, aver cura di tornare esattamente alla decolorazione di questo mediante aggiunta di tiosolfato 0,01 N.

⁽²⁾ n''' è generalmente basso: 0,2 — 0,3 ml 0,05 N. Se il vino è stato addizionato di acido ascorbico, n''' è molto più elevato, e si può almeno approssimativamente misurare la quantità di questo prodotto mediante il valore di n''', sapendo che 1 ml di iodio 0,05 N ossida 4,4 mg di acido ascorbico. Attraverso la misura di n''', si possono così rivelare senza difficoltà i vini che sono stati addizionati di acido ascorbico in quantità superiore a 20 mg/l, sempre che questo non si sia trasformato in prodotti di ossidazione.

Calcoli

$(n - n''')$ corrisponde all' SO_2 libera.

Il vino contiene: $32 (n - n''')$ mg di SO_2 libera per litro.

$(n' + n'')$ corrisponde all' SO_2 combinata.

Il vino contiene: $32 (n' + n'')$ mg di SO_2 combinata per litro.

$(n + n' + n'' - n''')$ corrispondono all' SO_2 totale.

Il vino contiene: $32 (n + n' + n'' - n''')$ mg di SO_2 totale per litro.

Avvertenza:

1. Per i vini rossi poveri di SO_2 è conveniente utilizzare iodio di normalità inferiore a 0,05N (per esempio: 0,02N). Sostituire in tal caso il coefficiente 32 con 12,8 nelle formule sopra riportate.
2. Per i vini rossi, è vantaggioso illuminare il vino dal basso con un fascio di luce gialla ottenuta mediante una lampada elettrica ordinaria e con una soluzione di cromato di potassio oppure mediante una lampada a vapori di sodio. Bisogna porsi in una camera oscura ed osservare la trasparenza del vino, che diviene opaco appena è raggiunto il viraggio della salda d'amido.
3. Allorché la quantità di anidride solforosa trovata è prossima o superiore al limite legale, conviene dosare l'anidride solforosa totale col metodo di riferimento e completare questa determinazione col dosaggio degli ioni solforici.
4. Allorché si attribuisce un particolare interesse al dosaggio dell'anidride solforosa libera, questa sarà convenzionalmente determinata su un campione mantenuto per quattro giorni al riparo dall'aria ed alla temperatura di 20°C prima dell'analisi, che sarà eseguita anch'essa a tale temperatura.

14. pH DEL VINO E DEL MOSTO

14.2. PRINCIPIO DEL METODO

Si misura la differenza di potenziale tra due elettrodi immersi nel liquido in esame. Uno degli elettrodi ha un potenziale che è una funzione definita del pH del liquido, mentre l'altro ha un potenziale fisso e noto e costituisce l'elettrodo di riferimento. Il pH dev'essere determinato con un'approssimazione di $\pm 0,05$ unità pH.

14.3. METODO UNICO

Apparecchiatura e reattivi

— pH-metro a scala graduata in unità pH ed elettrodi. Gli elettrodi di vetro devono essere conservati in acqua distillata. Gli elettrodi a calomelano e cloruro di potassio saturo sono conservati in una soluzione satura di cloruro di potassio.

— Soluzione 0,1 M di ftalato acido di potassio, contenente cioè 20,42 g per litro.

— Soluzione 0,1 M di acido cloridrico.

— Soluzione tampone:

Soluzione satura di tartrato acido di potassio puro, contenente almeno 5,7 g per litro a 20 °C. Questa soluzione può conservarsi fino a 2 mesi in presenza di 0,1 g di timolo per 200 ml.

pH $\left\{ \begin{array}{l} 3,57 \text{ a } 20^\circ\text{C} \\ 3,56 \text{ a } 25^\circ\text{C} \\ 3,55 \text{ a } 30^\circ\text{C} \end{array} \right.$

— Soluzione 0,05 M di ftalato acido di potassio, contenente cioè 10,211 g/l esatti di ftalato acido di potassio puro e secco alla temperatura di 20 °C (durata massima di conservazione: 2 mesi).

pH $\left\{ \begin{array}{l} 3,998 \text{ a } 10^\circ\text{C} \\ 3,999 \text{ a } 15^\circ\text{C} \\ 4,003 \text{ a } 20^\circ\text{C} \\ 4,008 \text{ a } 25^\circ\text{C} \\ 4,015 \text{ a } 30^\circ\text{C} \end{array} \right.$

— Soluzione contenente:

Fosfato monopotassico puro, KH_2PO_4	3,402 g
Fosfato dipotassico puro K_2HPO_4	4,354 g ⁽¹⁾
Acqua, quando basta ad	1 litro
(Durata massima di conservazione: 2 mesi)	

pH $\left\{ \begin{array}{l} 6,90 \text{ a } 15^\circ\text{C} \\ 6,88 \text{ a } 20^\circ\text{C} \\ 6,86 \text{ a } 25^\circ\text{C} \\ 6,85 \text{ a } 30^\circ\text{C} \end{array} \right.$

Modo di operare

1. Azzeramento dell'apparecchio:

Esso si effettua prima di qualsiasi misura, seguendo le indicazioni date per l'apparecchio utilizzato.

2. Taratura del pHmetro:

Si immerge l'elettrodo nella soluzione tampone a pH 3,57 alla temperatura di 20 °C, e sulla scala del pH si fa coincidere l'ago con tale valore mediante la manopola di comando. Si toglie la soluzione tampone e si sciacqua accuratamente l'elettrodo con acqua distillata.

Si immerge allora l'elettrodo nella soluzione tampone a pH 4,00, che dovrà trovarsi alla temperatura di 20 °C: l'ago deve indicare il valore 4 sulla scala dei pH. Risciacquare di nuovo accuratamente l'elettrodo.

3. Misura.

Immergere l'elettrodo nel vino o nel succo d'uva, la cui temperatura dev'essere compresa fra 20 e 25 °C e vicina il più possibile a 20 °C. Si legge direttamente sulla scala il valore del pH.

Effettuare almeno due determinazioni sullo stesso vino.

Prendere come risultato la media aritmetica delle due determinazioni, che non debbono differire fra loro di più di 0,1.

⁽¹⁾ Ovvero 3,55 g di fosfato disodico Na_2HPO_4 dissecati per 2 ore a 110—130 °C.

15. ACIDO SORBICO

15.1. PRINCIPIO

L'acido sorbico, trascinabile dal vapore acqueo (costante di volatilità 0,59), si dosa nel distillato previa eliminazione delle sostanze interferenti per evaporazione a secco di una aliquota di distillato leggermente alcalinizzata con acqua di calce: il dosaggio può essere effettuato per spettrofotometria di assorbimento nell'ultravioletto oppure per colorimetria, dopo ossidazione a dialdeide malonica e condensazione di quest'ultima con acido tiobarbiturico, che conduce a un composto di color rosso.

I contenuti inferiori a 20 mg/l vanno confermati mediante caratterizzazione per cromatografia su strato sottile (sensibilità: 5 mg/l).

Modo per ottenere il distillato

Distillare come indicato per il dosaggio dell'acidità volatile, raccogliendo 320—330 ml di distillato a partire da 20 ml di prodotto addizionati di 1—2 g di acido tartarico al fine di estrarre la totalità dell'acido sorbico ⁽¹⁾.

15.2. SPETTROFOTOMETRIA PER ASSORBIMENTO NELL'ULTRAVIOLETTO

Reattivi

- Acqua di calce, 0,04 N circa
- Soluzione di solfato di rame, concentrazione 50 mg/l:
 - CuSO₄ · 5H₂O puro 50 mg
 - H₂SO₄ puro 0,1 ml
 - Acqua, q.b.a. 1 l
- Soluzione di acido sorbico di concentrazione 20 mg/l

In un matraccio tarato da 1 l porre 20 mg di acido sorbico con 900 ml di acqua calda; agitare, lasciar raffreddare, poi portare a 1 l. Si possono anche sciogliere 26,8 mg di sorbato di potassio in acqua fredda e portarli a 1 l.

Modo di operare

Porre 5 ml di distillato in una capsula di 55 mm di diametro; aggiungere 1 ml di acqua di calce limpida 0,04 N circa e una goccia di soluzione di solfato di rame. Portare a secco su bagnomaria bollente. Riprendere il residuo con acqua distillata e portare a 20 ml in matraccio tarato.

Misurare la densità ottica a 256 nm, in confronto con un « bianco » preparato a partire da 1 ml di acqua di calce, addizionato di una goccia di soluzione di solfato di rame e portato a 20 ml.

Far riferimento ad una retta di taratura stabilita con soluzioni del titolo di 0,5—1—2,5 e 5 mg/l di acido sorbico, delle quali si è misurata la densità ottica rispetto all'acqua distillata. Queste soluzioni si preparano diluendo con acqua la soluzione madre contenente 20 mg/l.

Calcolo

Sia « e » mg/l la quantità di acido sorbico contenuta nella soluzione posta nella cella, quantità ottenuta per comparazione spettrofotometrica.

Se V è il volume (prossimo a 330 ml) del distillato ottenuto a partire da 20 ml di vino, il vino contiene $0,2 \cdot e \cdot V$ mg/l di acido sorbico (pari a $66 \cdot e$ mg/l se si sono raccolti esattamente 330 ml di distillato).

Se il tenore di acido sorbico trovato è inferiore o uguale a 20 mg/l, procedere innanzitutto alla caratterizzazione per cromatografia su strato sottile, dell'acido sorbico presente nel vino.

Se la presenza di acido sorbico è confermata, ricominciare il dosaggio nelle condizioni seguenti.

Prelevare 50 ml di distillato. Porli in una capsula con 3 ml di acqua di calce limpida 0,04 N circa e 5 gocce di solfato di rame. Portare a secco su bagnomaria bollente. Riprendere il residuo con acqua distillata e portare a 20 ml in matraccio tarato. Agitare. Proseguire il dosaggio, come prima indicato su 5 ml, di questo distillato concentrato.

⁽¹⁾ Per trascinare la totalità dell'acidità volatile, basta raccogliere 250 ml di distillato; per ottenere il trascinamento totale dell'acido sorbico, occorre raccogliere 320—330 ml. Il dosaggio dell'acido sorbico in vista della correzione dell'acidità volatile (come indicato nella nota 2 del capitolo « acidità volatile » permette di determinare il 96—97 % dell'acido sorbico, se il volume di distillato raccolto è pari a 250 ml.

Calcolo

Sia « e » mg/l la quantità di acido sorbico, determinata per confronto spettrofotometrico, contenuta nella soluzione (distillato concentrato 2,5 volte) posta nella vaschetta.

Se V è il volume (prossimo a 330 ml) del distillato ottenuto a partire da 20 ml di vino, il vino contiene $0,02 \cdot e \cdot V$ mg/l di acido sorbico.

15.3. DOSAGGIO COLORIMETRICO**Reattivi**

- Acqua di calce 0,04 N circa.
- Soluzione N di acido solforico.
- Soluzione N/10 di bicromato di potassio.
- Soluzione allo 0,2% (p/v) di acido tiobarbiturico.

Sciogliere 200 mg di acido tiobarbiturico in acqua distillata alla temperatura di 60—80 °C, portare a 100 ml. La soluzione, da preparare al momento dell'uso, deve essere perfettamente limpida, in caso contrario filtrare.

- Soluzione di acido sorbico di concentrazione 20 mg/l.

In un matraccio tarato da 1 l, porre 20 mg di acido sorbico insieme a 900 ml di acqua calda; agitare, lasciar raffreddare e portare a 1 l.

Si possono anche sciogliere in acqua fredda 26,8 mg di sorbato di potassio e portarli a 1 l.

Modo di operare

Porre 5 ml di distillato in una capsula con 1 ml di acqua di calce limpida 0,04 N circa. Portare a secco su bagnomaria bollente. Riprendere il residuo con acqua distillata e portare a 10 ml in matraccio tarato con le acque di lavaggio della capsula. Agitare.

Introdurre successivamente in una provetta:

- 1 ml del liquido così ottenuto (distillato diluito 1:2),
- 1 ml di acqua distillata,
- 1 ml di soluzione N di acido solforico,
- 0,2 ml di soluzione 0,1 N di bicromato di potassio.

Porre la provetta in bagnomaria bollente per 5 minuti esatti. Raffreddarla bruscamente per immersione in acqua ghiacciata ed aggiungere 2 ml di soluzione di acido tiobarbiturico allo 0,2%.

Rimettere in bagnomaria bollente per 10 minuti esatti. Raffreddare poi in bagno di acqua ghiacciata. Si svilupperà una colorazione rosa, la cui assorbanza dovrà essere misurata sul liquido completamente freddo nei 10 minuti successivi all'estrazione dal bagnomaria. Il tempo di riscaldamento e l'uso del bagno gelato devono essere scrupolosamente osservati, altrimenti l'intensità della colorazione risulta modificata. Anche a temperatura ambiente, soprattutto in estate, la densità ottica si evolve continuamente.

Misurare la densità ottica della soluzione colorata a 532 nm rispetto a un « bianco » preparato con 2 ml di acqua distillata addizionata con le stesse quantità dei reattivi sopra indicati.

Fare riferimento a una retta di taratura stabilita con soluzioni di acido sorbico del titolo di 0,5—1—2,5 e 5 mg/l, preparate a partire dalla soluzione madre contenente 20 mg/l: 1 ml di ciascuna di queste soluzioni è trattato come il distillato diluito.

Calcolo

Sia e mg/l la quantità di acido sorbico contenuta nella soluzione posta nella vaschetta ed ottenuta per comparazione spettrofotometrica.

Se V è il volume (prossimo a 330 ml) di distillato ottenuto a partire da 20 ml di vino, il vino contiene $0,1 \cdot e \cdot V$ mg/l di acido sorbico (pari a $33 \cdot e$ mg/l di acido sorbico, se si sono raccolti esattamente 330 ml di distillato).

Se il tenore di acido sorbico trovato è inferiore o uguale a 20 mg/l, procedere innanzitutto alla caratterizzazione dell'acido sorbico presente nel vino per cromatografia su strato sottile.

Se la presenza di acido sorbico è confermata, ricominciare il dosaggio nelle condizioni seguenti.

Prelevare 50 ml di distillato. Porli in una capsula con 3 ml di acqua di calce limpida 0,04 N circa. Portare a secco su bagnomaria bollente. Riprendere il residuo con acqua distillata e portare a 20 ml in pallone tarato, insieme alle acque di lavaggio. Agitare.

Introdurre successivamente in una provetta:

- 1 ml di liquido così ottenuto (distillato concentrato 2,5 volte),
- 1 ml acqua distillata,
- 1 ml di soluzione N di acido solforico,
- 0,2 ml di soluzione N/10 di bicromato di potassio.

Proseguire il dosaggio come prima indicato.

Calcolo

Sia e ng/l la quantità di acido sorbico, determinata per confronto spettrofotometrico presente nella soluzione posta nella vaschetta.

Se V è il volume (prossimo a 330 ml) del distillato ottenuto a partire da 20 ml di vino, il vino contiene $0,02 \cdot e \cdot V$ mg/l di acido sorbico.

16. ACIDO ASCORBICO

16.1. PRINCIPIO DEI METODI

a) Dosaggio dell'acido ascorbico totale

L'acido ascorbico totale è ossidato dallo iodio ad acido deidroascorbico che si precipita con la 2,4 dinitrofenilidrazina come bis-2,4-dinitrofenilidrazone. Dopo separazione con cromatografia su strato sottile e solubilizzazione in ambiente acetico, questa sostanza, colorata in rosso, viene dosata colorimetricamente a 500 nm.

b) Dosaggio dell'acido ascorbico attivo (metodo rapido di saggio)

La quantità di acido ascorbico attivo, ancora dotato di azione riducente, può essere misurata approssimativamente per iodometria diretta sul vino, in cui l'anidride solforosa libera sia stata precedentemente combinata con l'etanale o il propanale.

16.2. DOSAGGIO DELL'ACIDO ASCORBICO TOTALE

Reattivi

- Soluzione di acido metafosforico al 30% (p/v) — Pestare nel mortaio alcuni pezzi di acido metafosforico vetroso; pesarne 30 g. Lavarli rapidamente coprendoli di acqua distillata ed agitando; gettare l'acqua di lavaggio. Sciogliere l'acido lavato in acqua distillata agitando. Portare a 100 ml. La soluzione ottenuta sarà circa al 30% in acido metafosforico. Conservare in frigorifero per una settimana al più.
- Soluzione di acido metafosforico al 3% — Si prepara al momento per diluizione della soluzione di acido metafosforico al 30%.
- Soluzione di acido metafosforico all'1% — Si prepara al momento per diluizione della soluzione di acido metafosforico al 30%.
- Sospensione di poliammide — Mettere in contatto per 2 ore 10 g di polvere di poliammide per cromatografia con 60 ml di acqua distillata (questa dose basta per 4 determinazioni).
- Tiourea.
- Soluzione 0,1 N di iodio.
- Soluzione di 2,4 dinitrofenilidrazina al 6% in miscela in parti uguali di acido acetico e di acido solforico. La 2,4-dinitrofenilidrazina viene prima messa in sospensione in 50 ml di acido acetico glaciale; la solubilizzazione si ottiene per addizione di un ugual volume di acido solforico puro ($d_{20} = 1,84$).
- Acetato di etile addizionato del 2% (v/v) di acido acetico cristallizzabile.
- Cloroformio.
- Gel di silice G per cromatografia.
- Amido solubile in soluzione 0,5%.
- Liquido di sviluppo
 - acetato di etile 50 parti in volume
 - cloroformio 60 parti
 - acido acetico glaciale 5 partiLasciar riposare il solvente per 12 ore prima dell'uso.
- Acido l-ascorbico.

Apparecchio

Dispositivo per la preparazione delle lastre di vetro di cm 20 × 20.

Preparazione delle lastre per cromatografia — Mettere in sospensione 30 g di gel di silice in 70 ml di soluzione acquosa allo 0,5% di amido solubile. Stratificare la sospensione allo spessore di 0,3 mm. La dose basta per preparare 5 piastre di cm 20 × 20. Far asciugare all'aria per circa 15 minuti, poi attivare le piastre mantenendole per 1 ora e mezzo in stufa a 105 °C.

Modo di operare

Ossidazione ad acido deidroascorbico — Porre 50 ml di vino in un matraccio tarato da 100 ml; aggiungere 15 ml di sospensione di poliammide e portare a segno con la soluzione di acido metafosforico al 3%. Lasciar riposare un'ora, agitando spesso. Filtrare su filtro pieghettato. Mettere 20 ml di filtrato in un tubo da centrifuga da 50 ml con tappo a smeriglio. Aggiungere 1 ml di soluzione 0,1 N di iodio. Mescolare e dopo 1 minuto ridurre l'eccesso di iodio mediante aggiunta di 25 mg circa di tiourea.

Formazione ed estrazione del bis 2,4-dinitrofenilidrazone dell'acido dicheto gulonico (= ac. deidroascorbico)

Mettere il tubo in un bagno d'acqua a temperatura compresa fra 5 e 10 °C; aggiungere 4 ml di soluzione di 2,4-dinitrofenilidrazina. Mescolare accuratamente, evitando di bagnare il tappo di vetro. Conservare poi il tubo ben chiuso in un bagno a 20 °C per circa 16 ore (una nottata).

Mettere nel tubo da centrifuga 15 ml di acetato di etile, addizionata del 2% di acido acetico. Chiudere il tubo col tappo a smeriglio e agitare vigorosamente per 30 secondi. Centrifugare poi per 5 minuti a 1 000—1 200 giri al minuto. Prelevare dal tubo con una pipetta 10 ml di acetato di etile e metterli in una beuta a tappo smerigliato.

Nel tubo da centrifuga mettere di nuovo 5 ml di acetato di etile contenente il 2% di acido acetico; agitare nuovamente per 30 secondi e centrifugare per 5 minuti a 1 000—1 200 giri al minuto. Prelevare dal tubo 5 ml dell'acetato di etile e aggiungerli nella beuta ai 10 ml della prima estrazione. Mescolare.

Isolamento del bis-2,4-dinitrofenilidrazone, per cromatografia

Lasciando un margine di 2 cm nella parte bassa e laterale di una piastra, depositare su tutta la linea di partenza 0,2 ml di acetato di etile contenuto nella beuta. Mettere uno strato di circa 1 cm di solvente in una cella da cromatografia e lasciare che l'ambiente si saturi di vapori del solvente prima di introdurre la lastra. Si lascerà migrare il solvente fino all'orlo superiore della piastra (questa separazione cromatografica deve essere compiuta nelle due ore successive all'estrazione).

Far asciugare le piastre per 1 ora sotto cappa ventilata, tenendo la piastra in posizione verticale su un foglio di carta fredda, grattare con una spatola, perpendicolarmente alla direzione di migrazione, la zona di colorazione rossa caratteristica del bis-2,4-dinitrofenilidrazone, operando al riparo di ogni corrente d'aria. Trasferire quantitativamente la polvere ottenuta, in un piccolo pesafiltro munito di tappo a smeriglio insieme a 4 ml di acido acetico glaciale. Lasciare in riposo per 30 minuti, agitando spesso. Filtrare su un piccolo filtro pieghettato, direttamente nella cella da 10 mm dello spettrofotometro, riversando sul filtro le prime 25—30 gocce per ottenere un filtrato perfettamente limpido.

Misurare l'assorbimento di questa soluzione a 500 nm, usando l'acido acetico come liquido di riferimento e riportare sulla curva di taratura i valori trovati.

Costruzione della curva di taratura

Preparare una soluzione di acido l-ascorbico di conc. 1 g/100 ml utilizzando come solvente la soluzione di acido metafosforico all'1%.

Diluire a 100 ml: 5, 10 e 15 ml di questa soluzione usando come diluente la stessa soluzione di acido metafosforico.

Con 50 ml di ciascuna di queste soluzioni a 50, 100 e 150 mg/l di acido ascorbico, effettuare nell'ordine le reazioni indicate in precedenza.

La rappresentazione grafica degli assorbimenti, in funzione della concentrazione delle soluzioni, è una retta che passa per l'origine.

16.3. METODO RAPIDO DI SAGGIO**Dosaggio dell'acido ascorbico attivo***Soluzioni*

— Soluzione di etanale di conc. 6,9 g/l.

Ottenuta per distillazione della metaldeide o della paraldeide in presenza di acido solforico e titolata con il metodo al solfito di sodio. Si porta questa soluzione alla concentrazione di 6,9 g/l. 1 ml di questa soluzione reagisce con 10 mg di anidride solforosa.

— Acido solforico ad 1/10 in volume (180 g/l).

— Salda d'amido di conc. 5 g/l, addizionata con 200 g di cloruro di sodio ai fini della conservazione. Questa soluzione deve essere fatta bollire per 10 minuti al momento della preparazione.

— Iodio N/20.

Modo di operare

A 50 ml di vino, posti in una beuta da 300 ml, si aggiungono 5 ml di soluzione di etanale alla conc. di 6,9 g/l ⁽¹⁾. Si tappa e si lascia in riposo per almeno 30 minuti. Si aggiungono 3 ml di acido solforico diluito a 1/10 e iodio N/20 in quantità sufficiente per far virare la salda d'amido. Sia n il volume di iodio impiegato.

1 ml di iodio N/20 ossida 4,4 mg di acido ascorbico.

La quantità di acido ascorbico presente nel prodotto in mg/l sarà pari a circa $88 n$.

Osservazioni

1. Alcune sostanze presenti nel vino sono ossidate dallo iodio in ambiente acido, ma il volume di iodio N/20 consumato nelle condizioni suddette è generalmente scarso: 0,2—0,3 ml.

Questo metodo permette pertanto di scoprire se i vini sono stati addizionati con acido ascorbico in quantità superiore a 20 mg/l e che non si è trasformato in prodotti di ossidazione.

2. Per i vini rossi, conviene illuminarli dal basso con un fascio di luce gialla ottenuta mediante una lampadina elettrica normale e con una soluzione di cromato di potassio, oppure con una lampada a vapore di sodio. Occorre operare in camera oscura ed osservare la trasparenza del vino, che diverrà opaco non appena raggiunto il viraggio della salda.

⁽¹⁾ Si possono usare anche 5 grammi di una soluzione di propanale contenente 10 g/l.

17. SODIO

PRINCIPIO DEL METODO UNICO

Il sodio si dosa per fotometro a fiamma, misurando l'intensità delle radiazioni 589,0 e 589,6 nm emesse nella fiamma del bruciatore alimentato dal gas comburente che contiene il nebulizzato del prodotto diluito a 1/10 o più.

Apparecchio

Dato che il metodo è comparativo, la sensibilità del fotometro e la temperatura della fiamma non hanno influenza determinante, ma è meglio preferire la fiamma butano-aria nel caso dei metalli alcalini, per evitare interferenze di altri cationi.

Il fotometro dovrà essere regolato a partire da diverse diluizioni di una soluzione di riferimento contenente 20 mg di sodio/l (0,869 meq/l) e diversi anioni, cationi e sostanze organiche in quantità prossima a quella esistente in un vino medio diluito al 10% con acqua.

Soluzioni

<i>Soluzioni di riferimento</i>		<i>Soluzione di diluizione</i>	
Alcole assoluto	10 ml	Alcole assoluto	10 ml
Acido citrico	700 mg	Acido citrico	700 mg
Zucchero	300 mg	Zucchero	300 mg
Glicerolo	1 000 mg	Glicerolo	1 000 mg
Tartrato acido di potassio	481,3 mg	Tartrato acido di potassio	481,3 mg
Cloruro di calcio secco	10 mg	Cloruro di calcio secco	10 mg
Cloruro di magnesio secco	10 mg	Cloruro di magnesio secco	10 mg
Cloruro di sodio secco	50,84 mg	Acqua q.b.p.	1 000 mg
Acqua q.b.p.	1 000 ml		

Per preparare le soluzioni, prima di tutto si sciolgono 481,3 mg di tartrato acido di potassio puro in $\frac{1}{2}$ l di acqua caldissima e si unisce a questa una soluzione degli altri componenti, precedentemente sciolti in 400 ml di acqua. Si porta ad 1 l. Si garantisce la conservazione di queste soluzioni con 2 gocce di isotiocianato di allile.

Per i vini dolci e i mosti si aggiunge ancora una quantità di zucchero pari a quella esistente nel vino (o mosto) diluito a 1/10 con acqua.

Per i vini salicilati con 1 g/l occorre aggiungere 86,4 mg di acido salicilico per litro di soluzione di riferimento e di diluizione, poiché questa sostanza esercita un'azione rilevante sul risultato.

Modo di operare

Il fotometro dovrà essere regolato e tarato con la soluzione di riferimento pura e con diverse diluizioni di questa soluzione a 1/20, 1/10, 1/2 e 3/4 con la soluzione di diluizione.

La misurazione sarà effettuata con vino diluito ad 1/10 con acqua.

Se necessario, si diluirà il vino già diluito a 1/10 con la soluzione di diluizione in modo che la deviazione del galvanometro non superi la graduazione 100.

18. FERRO

18.1. PRINCIPIO DEI METODI

- a) Metodo di riferimento: Dosaggio spettrofotometrico dell'acqua ossigenata
- b) Primo metodo usuale: Dosaggio spettrometrico
- c) Secondo metodo usuale: Dosaggio spettrofotometrico di assorbimento atomico

18.2. METODO DI RIFERIMENTO

1. MINERALIZZAZIONE

Reattivi

- acqua ossigenata a 100—110 volumi esente da ferro;
- acido cloridrico N esente da ferro;
- ammoniaca pura, densità 0,92;
- pietra pomice in grani trattata con acido cloridrico 1 : 1 bollente e lavata con acqua distillata.

Modo di operare

Si possono usare due varianti, secondo il tenore in zuccheri del prodotto.

a) *Vini secchi e moderatamente dolci (fino a 50 g di zucchero/l)*

Introdurre in un pallone Kjeldahl da 100 ml qualche granello di pietra pomice, 20 ml di vino e 10 ml di acqua ossigenata a 100 volumi. Concentrare su bagno di sabbia fino al volume di 2—3 ml. Dopo raffreddamento, aggiungere al residuo, goccia a goccia, 3—4 ml o più, secondo necessità, di ammoniaca pura con una buretta, senza bagnare le pareti del pallone. Occorre aggiungere un lieve eccesso, percettibile all'olfatto, necessario per alcalinizzare il mezzo e precipitare gli idrossidi metallici. L'intensità della reazione fra acqua ossigenata e ammoniaca dovrà essere controllata per raffreddamento in acqua fredda o per leggero riscaldamento su bagnomaria.

Dopo il raffreddamento, aggiungere al liquido alcalino acido cloridrico N in quantità sufficiente ad ottenere la dissoluzione del precipitato di idrossidi che si era formato. Travasare la soluzione ottenuta in un matraccio tarato da 100 ml. Dopo aver lavato il pallone Kjeldahl con acido cloridrico N, portare a volume il matraccio con lo stesso acido.

b) *Prodotti ricchi di zucchero*

Il trattamento ossidante dei prodotti ricchi di zucchero (50—200 g/l) differisce leggermente dal metodo precedente. I 20 ml di prodotto vengono trattati con 20 ml di acqua ossigenata. Se il prodotto contiene più di 200 g/l di zucchero, dovrà essere diluito alla metà ed anche al quarto.

Osservazione

Si abbia cura di fare le prove in bianco, con acqua distillata, utilizzando il volume di acqua ossigenata usato per i saggi sul campione.

2. DOSAGGIO SPETTROFOTOMETRICO

Reattivi

- Soluzioni di idrochinone al 2,5% in acqua acidulata (10 ml di acido solforico puro per 1 l di soluzione). La soluzione va conservata in frigorifero in recipiente di vetro giallo e deve essere sostituita appena si manifesta anche il più leggero imbrunimento.
- Soluzione di solfito di sodio al 20% a partire dal solfito neutro e anidro.
- Soluzione di acetato di ammonio al 20%.
- Soluzione di ortofenantrolina allo 0,5% in alcoole al 96% in vol.
- Soluzione titolata di ferro III, ferrico-ammonio contenente 1 g/l di ferro, e si introducano in un matraccio da 1 l: sciogliere con un centinaio di ml di acido cloridrico N. Poiché la dissoluzione non è immediata, si dovrà agitare ogni tanto. Portare a segno la soluzione limpida con lo stesso acido. Occorre verificare il titolo della soluzione.

Riduzione del ferro (III) e formazione del complesso colorato

Prelevare due porzioni da 20 ml ciascuna dalla soluzione cloridrica aventi volume di 100 ml e metterle rispettivamente in un matraccio tarato da 50 ml a tappo smerigliato. Aggiungere in ogni matraccio 2 ml di soluzione di idrochinone, 2 ml di soluzione di solfito e 1 ml di soluzione di ortofenantrolina. Lasciare in riposo per 15 minuti; la riduzione avviene a pH 1—2 circa. Aggiungere allora 10 ml di acetato di ammonio; la colorazione dell'ortofenantrolina ferrosa si manifesta bruscamente; completare il volume a 50 ml con acqua distillata. Effettuare le misurazioni colorimetriche.

Misurazioni colorimetriche. Calcolo dei risultati

Misurare la densità ottica alla lunghezza d'onda di 508 nm.

In mancanza di uno spettrofotometro a monocromatore usare il filtro Wratten n. 75.

Costruire la curva di taratura mediante una serie di soluzioni di concentrazioni in ferro da 0 a 200 μg in 50 ml. In generale basta la cella dello spessore di 10 mm. Tuttavia, usando celle di diverso spessore, si possono evitare le diluizioni e la misura è più precisa.

In tali condizioni stabilire per ciascuna cella una curva di taratura. Tracciare le curve in modo che alle densità ottiche lette corrispondano i numeri di μg di ferro contenuti in un volume di 50 ml del campione sottoposto alla misurazione colorimetrica. In tale volume sono contenuti 20 ml di liquido acido prelevati da 100 ml di soluzione acida ricavata dal trattamento ossidante del prodotto. I 100 ml corrispondono ai 20 ml prelevati.

Indicando con n il numero dei μg di ferro contenuti in 50 ml di soluzione esaminata, corrispondente a 20 ml di soluzione acida (cioè a 4 ml di prodotto), la quantità di ferro sarà di $0,25 n$ mg di ferro/l di prodotto.

Campo di applicazione e precisione della tecnica

La tecnica descritta permette di dosare, senza bisogno di diluizioni grazie alla gamma di celle, tenori di ferro compresi fra 1,25 e 75 mg/l, per un prelievo di saggio di 20 ml di prodotto; il limite inferiore può essere portato a circa 0,5 mg/l aumentando la presa di saggio.

L'errore connesso alla misura è del 10% per tenori di ferro da 1,25 a 5 mg di ferro/l di vino ed inferiore al 5% per tenori di oltre 5 mg/l.

18.3. PRIMO METODO USUALE**Principio**

Il ferro, ridotto con cloridrato di idrossilammina, viene combinato con l'ortofenantrolina aggiunta al vino. La trasmissione della radiazione 508 nm si traduce in quantità di ferro facendo riferimento ad una curva di taratura. Per i vini rossi molto colorati, si opera sulla soluzione delle ceneri del vino.

Soluzioni**Soluzione 1**

— Acido cloridrico concentrato ($d = 1,19$)	170 ml
— Cloridrato di idrossilammina	10 g
— Acqua q.b.a.	1 000 ml

Soluzione 2

— o-fenantrolina	1 g
— Acqua q.b.a.	100 ml

Soluzione 3

— Acetato di ammonio	180 g
— Acqua q.b.a.	1 000 ml

Osservazione:

La presenza di tracce di ferro nell'acqua o nei reattivi non influisce sulla precisione dei risultati.

A differenza delle soluzioni di idrochinone, la soluzione acida di cloridrato di idrossilammina si conserva inalterata per parecchi mesi.

Modo di operare

In due matracci tarati da 50 ml si introducono 10 ml di vino e 10 ml di soluzione 1. In uno dei matracci si mette poi 1 ml di soluzione 2. Si lascia riposare 15 minuti, poi si aggiungono 10 ml di soluzione 3 in ogni matraccio. Questa aggiunta fa subito virare al rosso arancio il colore del liquido contenuto nel matraccio in cui è stata messa la fenantrolina (soluzione 2), mentre l'aspetto del secondo matraccio (il bianco) rimane invariato o tende ad assumere una tinta grigiastra.

Si porta a livello con acqua e si determina fotometricamente la trasmissione del liquido del primo matraccio in comparazione con quella del secondo, usando un filtro con massimo di trasmissione a circa 508 nm. Si traduce il risultato in mg di ferro per litro di vino, riferendosi ad una curva di taratura stabilita una volta per tutte secondo le indicazioni sotto fornite.

Costruzione della curva di taratura

Si scioglie a caldo 1 g di filo di ferro puro in 250 ml di acido solforico al 20%, prendendo le normali precauzioni contro le perdite provocate dagli spruzzi. Terminato l'attacco, si raffredda e si porta a un litro. È questa la soluzione madre che si conserva all'infinito.

Detta soluzione si può preparare anche a partire dal sale di Mohr di titolo noto. Per un sale di Mohr di purezza 100%, l'equivalenza è: g 1 di ferro = g 7,018 di sale di Mohr (pesato all'aria).

Si prelevano 20 ml di soluzione madre e si portano a un litro. Con questa soluzione diluita (contenente circa 0,02 mg di ferro/ml) si preparano dei campioni con tenori in ferro compresi fra 0,4 e 4 mg/l di vino. Per questo si introducono in matracci da 50 ml. In ogni matraccio si mettono inoltre 10 ml di soluzione 1 e 1 ml di soluzione 2. Si lascia riposare per 15 minuti e si continua il dosaggio come indicato nel procedimento generale: aggiunta di 10 ml di soluzione 3 e acqua fino al segno. Le letture fotometriche si effettuano in confronto con un bianco preparato mescolando 10 ml di soluzione 1, 10 ml di soluzione 3 e acqua sufficiente a portare il volume a 50 ml⁽¹⁾. Su carta semilogaritmica si riportano i valori della trasmissione in funzione dei tenori in ferro espressi in mg/l e si traccia la retta che passa per i punti così determinati.

Rettificazione della curva di taratura

Può succedere che, anche se si è operato correttamente, i punti di riferimento stabiliti sperimentalmente non siano perfettamente allineati. Questa anomalia è generalmente dovuta ad un difetto di sensibilità del fotometro usato. In tal caso, per evitare di moltiplicare le misure, si useranno i risultati acquisiti per applicare il metodo dei minimi quadrati al calcolo dei valori più probabili delle costanti A e k dell'equazione: $Y = \log y = A - kx$.

in cui: y = trasmissione percentuale, x = tenore in ferro (espresso in mg/l di vino).

Stabilita questa relazione, si calcolano i valori Y_1 e Y_2 corrispondenti a valori x_1 e x_2 scelti arbitrariamente (es. $x_1 = 0$ e $x_2 = 10$). La curva di taratura rettificata si traccia tirando su carta semilogaritmica la retta che passa per i punti (x_1, Y_1) e (x_2, Y_2) .

Si osservi che la retta così tracciata passa per l'origine solo se i reattivi sono privi di ferro (in mancanza di fenantrolina essi non hanno praticamente influenza sulla trasmissione).

Casi particolari

Vini a forte contenuto in ferro

È conveniente, ma non indispensabile, usare un fotometro che abbia celle di diversi spessori efficaci e stabilire una curva di taratura per ogni spessore della cella. Si deve comunque tener conto del fatto che la legge di Lambert-Beer si applica solo nell'intervallo da 20 μg a 200 μg (per 50 ml). Se la concentrazione è troppo alta per apprezzare correttamente la trasmissione, si ripeterà il dosaggio su un volume minore di campione⁽²⁾. Si potrà anche diluire (da 1 a 2 o da 1 a 5) il contenuto dei due matracci con una soluzione, preparata mescolando al momento dell'uso:

soluzione 1: 1 parte,
soluzione 3: 1 parte,
acqua: 3 parti.

⁽¹⁾ Analogamente a quanto è stato fatto per il vino, non si aggiunge fenantrolina (soluzione 2) nel bianco. Si dovrà stare attenti ad usare per queste letture lo stesso filtro usato per il dosaggio propriamente detto.

⁽²⁾ I valori di trasmissione migliori per la determinazione sono compresi fra 30 e 70%.

Vini rossi molto colorati

Se si opera con campioni molto colorati, il metodo, pur conservando ogni valore teorico, rischia di perdere sensibilità in quanto l'intensità luminosa assorbita dalla fenantrolina ferrosa può presentare una frazione minima dell'assorbimento totale, per cui i risultati sono discutibili. Si dovrà allora effettuare il dosaggio con una quantità di vino minore oppure operare sulle ceneri. Effettuata come indicato qui di seguito, la calcinazione non deve procurare perdite superiori al 5%.

Dosaggio del ferro nelle ceneri del vino

In una capsula di platino a fondo piatto e pareti sottili, del diametro di circa 8 cm e dell'altezza di 1,5—2 cm, si mettono 10 ml di vino. Si evapora su bagnomaria e si secca in stufa a 100—120 °. Si calcina con fiamma bassa, evitando la fusione delle ceneri. Eventualmente si potranno eliminare le ultime particelle carboniche riprendendo le ceneri con pochi ml di acqua, asciugando di nuovo e ripetendo la calcinazione. Dopo il raffreddamento, si inumidiscono le ceneri e si sciolgono in 10 ml di soluzione 1. Si porta la capsula su bagnomaria. Dopo 3—5 minuti, si travasa il liquido in un matraccio da 50 ml, si sciacqua tre volte la capsula con 2—3 ml di acqua e si raccoglie l'acqua del risciacquo nel matraccio. Si raffredda e si aggiunge 1 ml di soluzione 2. In un secondo matraccio da 50 ml si introducono 10 ml di soluzione 1⁽¹⁾. Si aspetta per 15 minuti e si prosegue il dosaggio come nel procedimento generale: aggiunta nei due matracci di 10 ml di soluzione 3 e di acqua in quantità tale da portare a livello, poi determinazione fotometrica della trasmissione.

18.4. SECONDO METODO USUALE**1. Principio del metodo**

È basato sull'impiego della spettrofotometria di assorbimento atomico.

2. Reattivi

- 2.1. Ferro metallo
- 2.2. Acido nitrico concentrato ($d = 1,413$)
- 2.3. Acido nitrico diluito (1 + 1)
- 2.4. Acqua bidistillata

3. Apparecchiatura

- 3.1. Pipette a un segno
- 3.2. Micropipette
- 3.3. Matraccio tarato
- 3.4. Spettrofotometro di assorbimento atomico
- 3.5. Lampada a catodo cavo per il ferro
- 3.6. Gas di alimentazione: aria, acetilene e/o protossido di azoto

4. Procedimento**4.1. Preparazione del campione**

Prelevare con pipetta tarata 20 ml del campione, trasferirli in un matraccio da 100 ml e portare a volume con acqua bidistillata. Leggere allo spettrofotometro di assorbimento atomico l'assorbimento del campione diluito, alla lunghezza d'onda di 248,3 nm. Per mezzo della curva di taratura risalire alla concentrazione del metallo.

4.2. Preparazione della curva di taratura

Pesare 1,000 g di ferro metallico, trasferirlo quantitativamente in un matraccio da 1 000 ml. Aggiungere acido nitrico diluito nella quantità strettamente necessaria per sciogliere il metallo, aggiungere 10 ml di acido nitrico concentrato, portando a volume con acqua bidistillata.

Questa soluzione contiene 1 000 mg/l di ferro (soluzione A). Mediante pipetta tarata, prelevare 10 ml della soluzione A e trasferirli in un matraccio da 100 ml portando a volume con acqua bidistillata: questa soluzione contiene 100 mg/l di ferro (soluzione B). Mediante microburetta

⁽¹⁾ Ma non soluzione 2 (fenantrolina).

prelevare 1—2—5 ml della soluzione B, trasferirli in matracci da 100 ml portando a volume con acqua bidistillata; si ottengono così soluzioni contenenti rispettivamente 1—2—5 mg/l di ferro. Con i valori delle assorbanze di tali soluzioni, misurare come descritto in 4.1, costruire la curva di taratura.

5. Espressione del risultato

Si esprime in mg/l secondo la formula: $c \cdot n$

dove: c = concentrazione del metallo rilevata mediante la curva di taratura sul campione diluito;
 n = diluizioni effettuate sul campione.

6. Osservazioni

6.1. Le soluzioni per la costruzione della curva di taratura e le diluizioni del campione devono comunque essere scelte sia in funzione della sensibilità dell'apparecchiatura usata, che della concentrazione del metallo presente nel campione.

6.2. Per ogni serie di determinazioni è opportuno controllare almeno un punto della curva di taratura.

19. RAME

1. Principio del metodo

È basato sull'impiego della spettrofotometria di assorbimento atomico.

2. Reattivi

- 2.1. Rame metallo
- 2.2. Acido nitrico concentrato 65% ($d = 1,40$)
- 2.3. Acido nitrico diluito (1 + 1)
- 2.4. Acqua bidistillata

3. Apparecchiatura e accessori

- 3.1. Pipette a un segno
- 3.2. Micropipette
- 3.3. Matraccio tarato
- 3.4. Capsula di platino
- 3.5. Spettrofotometro di assorbimento atomico
- 3.6. Lampada a catodo cavo per il rame
- 3.7. Gas di alimentazione: aria, acetilene e/o protossido di azoto

4. Procedimento

4.1. Preparazione del campione

Prelevare con pipetta tarata 20 ml del campione, trasferirli in un matraccio da 100 ml e portare a volume con acqua bidistillata. Leggere allo spettrofotometro di assorbimento atomico l'assorbanza del campione diluito, alla lunghezza d'onda di 324,8 nm. Per mezzo della curva di taratura risalire alla concentrazione del metallo.

4.2. Preparazione della curva di taratura

Pesare 1,000 g di rame metallico, trasferirlo quantitativamente in un matraccio da 1 000 ml. Aggiungere acido nitrico diluito nella quantità strettamente necessaria per sciogliere il metallo, aggiungere 10 ml di acido nitrico concentrato, portando a volume con acqua bidistillata.

Questa soluzione contiene 1 000 mg/l di rame (soluzione A).

Mediante pipetta tarata, prelevare 10 ml della soluzione A e trasferirli in un matraccio da 100 ml portando a volume con acqua bidistillata: questa soluzione contiene 100 mg/l di rame (soluzione B). Mediante microburette prelevare $0,5-1^{-2}$ ml della soluzione B, trasferirli in matracci da 100 ml portando a volume con acqua bidistillata; si ottengono così soluzioni contenenti rispettivamente $0,5-1-2$ mg/l di rame. Con i valori delle assorbanze di tali soluzioni, misurare come descritto in 5.1, costruire la curva di taratura

5. Espressione del risultato

Si esprime in mg/l secondo formula: $c \cdot n$

dove: c = concentrazione del metallo rilevata mediante la curva di taratura sul campione diluito;
 n = diluizioni effettuate sul campione.

6. Osservazioni

- 6.1. Le soluzioni per la costruzione della curva di taratura e le diluizioni del campione devono comunque essere scelte sia in funzione della sensibilità dell'apparecchiatura usata, che della concentrazione del metallo presente nel campione.
- 6.2. Per ogni serie di determinazioni è opportuno controllare almeno un punto della curva di taratura.

- 6.3. Per concentrazioni molto basse di rame nel campione in esame operare nel seguente modo: porre 100 ml del campione nella capsula di platino, evaporare su bagnomaria fino a consistenza sciropposa, aggiungere goccia a goccia 2,5 ml di acido solforico concentrato cercando di coprire tutto il fondo della capsula. Procedere cautamente alla carbonizzazione del residuo su piastra riscaldante elettrica oppure su piccola fiamma; introdurre quindi la capsula in forno a muffola regolato alla temperatura di $500^{\circ} \pm 25^{\circ}\text{C}$, lasciandola per circa un'ora. Dopo raffreddamento umettare le ceneri con 1 ml di acido nitrico concentrato, spapolandole con una bacchettina di vetro; evaporare e carbonizzare nuovamente con le stesse modalità. Portare nuovamente la capsula in muffola per 15 minuti; ripetere almeno tre volte il trattamento con acido nitrico concentrato. Solubilizzare le ceneri aggiungendo nella capsula 1 ml di acido nitrico concentrato e 2 ml di acqua bidistillata; trasferire in un matraccio da 10 ml. Lavare tre volte la capsula con 2 ml per volta di acqua bidistillata, portare infine a volume con acqua bidistillata.

20. ARGENTO

1. Principio del metodo

È basato sull'impiego della spettrofotometria di assorbimento atomico previa mineralizzazione per incenerimento.

2. Reattivi

- 2.1. Argento nitrato
- 2.2. Acido nitrico concentrato 65% (d = 1,40)
- 2.3. Acido nitrico diluito (1 + 9)
- 2.4. Acqua bidistillata

3. Apparecchiatura e accessori

- 3.1. Capsula di platino
- 3.2. Matraccio tarato
- 3.3. Pipetta a un segno
- 3.4. Spettrofotometro di assorbimento atomico
- 3.5. Lampada a catodo cavo per l'argento
- 3.6. Gas di alimentazione: aria, acetilene

4. Procedimento

4.1. Preparazione del campione

Porre 20 ml del campione in capsula di platino, evaporare a secco su bagnomaria bollente. Incenerire in muffola a 500—525 °C. Riprendere le ceneri bianche con 1 ml di acido nitrico concentrato, evaporare a b.m., ripetere l'aggiunta di 1 ml di acido nitrico e l'evaporazione. Aggiungere 5 ml di acido nitrico diluito, e scaldare leggermente sino a dissoluzione. Effettuare la misura di assorbanza allo spettrofotometro di assorbimento atomico a 328,1 nm (fiamme aria acetilene).

4.2. Preparazione della curva di taratura

g 1,5750 di nitrato d'argento sono posti in soluzione in acido nitrico diluito 1 + 9 in un matraccio da 1 000 ml (soluzione A).

10 ml di soluzione A sono diluiti a 1 000 ml con acido nitrico diluito (soluzione B). In una serie di matracci da 100 ml di pongono 2, 4, 6, 8, 10, 20 ml di soluzione B, si porta a volume con acido nitrico diluito.

Tali soluzioni contengono 0,20, 0,40, 0,60, 0,80, 1,0 e 2,0 mg/l. Effettuare la misura mediante lo spettrofotometro e costruire la curva di taratura con i valori di assorbanza riportati.

5. Espressione del risultato

La concentrazione dell'argento nel campione, espressa in mg/l, risulta uguale a $\frac{c}{4}$

dove c = concentrazione corrispondente alla lettura, ricavata della curva di taratura.

6. Osservazioni

Le soluzioni di riferimento per la costruzione della curva di taratura, la quantità di campione prelevato e il volume finale di liquido possono essere scelti in funzione della sensibilità dell'apparecchiatura usata.

21. DERIVATI CIANICI

21.1. PRINCIPIO DEI METODI

a) Metodo rapido di saggio

Controllo dei vini trattati al ferrocianuro di potassio.

Verifica dell'assenza di precipitato di ferrocianuro ferrico in sospensione o nel deposito.

Verifica dell'assenza di formazione di ferrocianuro ferrico per aggiunta di sale ferrico al vino acidulato.

Verifica della presenza di ferro precipitabile con un miscuglio di ferro e ferrocianuro alcalini aggiunti al vino acidulato.

b) Metodi usuali

Dosaggio argentimetrico dell'acido cianidrico totale, liberato per idrolisi acida e distillato. Dosaggio argentimetrico dell'acido cianidrico libero, distillato sotto pressione ridotta o trascinato da una corrente d'aria a temperatura ordinaria.

Questi derivati cianici si esprimono in mg/l di acido cianidrico e si determinano con l'approssimazione di 0,1 mg.

Le tracce di acido cianidrico libero e di acido cianidrico liberato per distillazione in ambiente acido, a partire da diversi composti naturali del vino, sono dosate colorimetricamente mediante il reattivo pirindinofenilpirazolonico.

21.2. METODO RAPIDO DI CONTROLLO

Controllo dei vini trattati col ferrocianuro di potassio

1. Ricerca delle tracce di ferrocianuro ferrico in sospensione

Dopo avere agitato il campione, si mettono 20 ml di vino in un tubo da centrifuga conico da 30 ml. Si centrifuga a 3 500 giri al minuto per 15 minuti. Il centrifugato deve essere completamente privo di particelle blu ⁽¹⁾.

2. Ricerca di tracce di ioni ferrocianuro in soluzione

In un tubo da centrifuga conico da 30 ml si mettono 20 ml di vino limpido. 1 ml di acido cloridrico al 50 % in volume e 1 goccia di soluzione di solfato ferrico-ammonico al 15 %. Dopo avere agitato e fatto riposare per almeno 24 ore, si centrifuga 15 minuti a 3 500 giri/minuto. Il centrifugato dovrà risultare del tutto privo di particelle blu di ferrocianuro ferrico.

3. Verifica della presenza di ioni ferro nel vino

In una provetta si mettono 20 ml di vino, 1 ml di acido cloridrico diluito al 50 % in volume (privo di ferro ⁽²⁾), 1 goccia di soluzione di ferrocianuro di potassio al 10 % ed 1 goccia di soluzione di ferrocianuro di potassio al 10 % appena preparate. In meno di 30 minuti si deve manifestare una colorazione o un precipitato di color blu. Filtrando su un filtro senza pieghe, del diametro di 5 cm e levando il filtro due volte con 5 ml di acqua, sulla carta, si deve osservare un deposito di colore blu.

21.3. METODI USUALI

I. DOSAGGIO ARGENTOMETRICO DELL'ACIDO CIANIDRICO TOTALE

Apparecchio

Un pallone a fondo arrotondato da 300 ml viene posto, col collo inclinato, su una piastra di ferro di mm 200 × 200 recante un'apertura del diametro di 50 mm. Questo pallone è collegato da un tubo, munito di smeriglio normalizzato, alla estremità superiore di un refrigerante di West ⁽³⁾ il cui manicotto refrigerante è lungo 350 mm.

L'estremità inferiore del refrigerante, tenuto in posizione verticale, ha un'allunga terminante con una parte affilata che porta il distillato in fondo a un pallone ricevitore da 50 ml, interamente immerso in acqua gelata.

⁽¹⁾ La centrifugazione può essere sostituita da un filtraggio su carta priva di ferro (diametro del filtro: cm 5), o meglio su crogiolo filtrante (diametro dei pori: 0,45 µg).

⁽²⁾ Si ottiene facilmente acido cloridrico diluito al 50 % senza ferro, diluendo l'acido cloridrico puro in commercio con pari volume di acqua e distillando.

⁽³⁾ Questo refrigerante è costituito da un cilindro di vetro sottile circondato da un manicotto il cui diametro interno è superiore di un solo mm al diametro esterno del cilindro stesso. In questo modo, l'acqua fredda circola con rapidità lungo la parete da refrigerare.

Soluzioni

Acido solforico diluito — Mescolare 200 ml di acido solforico con acqua portando a 1 000 ml di soluzione.

Soluzione di rosso fenolo — Sciogliere 0,05 g di rosso fenolo in 1,4 ml di soluzione 0,1 N di idrossido di sodio; portare a 1 000 ml.

Soluzione di ioduro di potassio — Sciogliere 250 g di ioduro di potassio in acqua q.b. ad ottenere 1 litro di soluzione.

Soluzione 0,001 N di nitrato di argento — Diluire 10 ml di soluzione 0,1 N di nitrato di argento a 1 000 ml, dopo aver aggiunto 0,5 ml di acido nitrico concentrato.

Soluzione N di idrossido di sodio esente da ferro.

Modo di operare

Introdurre nel pallone da distillazione 100 ml di vino filtrato (o non filtrato se si vuol dosare anche l'acido cianidrico contenuto nell'eventuale intorbidamento blu), aggiungere 0,0005 g di cloruro rameico e 10 ml di acido solforico diluito. Nel pallone ricevitore, porre 5 ml di soluzione N in idrossido di sodio puro esente da ferro. Distillare fino a riempire il pallone da 50 ml. Versare il distillato in un becher da 400 ml posto su bagnomaria bollente ⁽¹⁾; accelerare l'evaporazione, dirigere sulla superficie d'aria fredda del liquido alcalino una corrente d'aria fredda abbastanza forte, prodotta da una soffieria. Occorre ridurre il volume da 5 a 7 ml: l'operazione richiede 30 minuti circa (non ridurre mai il volume a meno di 5 ml).

La soluzione raffreddata viene filtrata attraverso un piccolo filtro ⁽²⁾ raccogliendo il filtrato in un tubo cilindrico del diametro di 20 mm e della lunghezza di 180 mm. Lavare becher e filtro con alcuni ml di acqua.

Il tubo di vetro viene messo su un fondo nero e illuminato lateralmente con un fascio di luce bianca. Il liquido deve essere perfettamente limpido ⁽³⁾. Aggiungere 2 gocce di soluzione di rosso fenolo per sensibilizzare il viraggio ⁽⁴⁾ ed 1 goccia di soluzione di ioduro di potassio. Titolare con la soluzione 0,001 N di nitrato d'argento fino ad ottenere intorbidamento debole ma stabile. Sia n il volume di soluzione necessario ad ottenere questo risultato.

Preparare in tubo analogo con 5 ml di soluzione N di idrossido di sodio puro, 2 gocce di soluzione di rosso fenolo ⁽⁴⁾, una goccia di soluzione di ioduro di potassio e l'acqua pura necessaria ad ottenere un volume di liquido identico al precedente. Aggiungere la soluzione N/1 000 di nitrato di argento in modo da ottenere lo stesso intorbidamento. Sia n' il volume usato ⁽⁵⁾.

Calcolo

1 ml di soluzione 0,001 N di nitrato di argento corrisponde a 54 μ g di acido cianidrico, quindi 0,54 ($n - n'$) è la quantità di acido cianidrico totale contenuta in 1 l di vino espressa in mg. Si conservi un solo decimale dopo la virgola. Considerare significativi, circa la presenza di composti cianidrici nel vino, solo i saggi per i quali ($n - n'$) è superiore a 0,5 ml.

Quando ($n - n'$) è superiore a 20 ml, ripetere tutte le operazioni usando una soluzione 0,01 N di nitrato di argento.

Quando ($n - n'$) è superiore a 10 ml, ricercare e dosare l'acido cianidrico libero mediante il procedimento seguente (II).

II. DOSAGGIO DELL'ACIDO CIANIDRICO LIBERO

Apparecchio

L'apparecchio si compone di due palloni da 1 l, A e B, collegati da un tubo diritto del diametro di 30 mm e lungo 300 mm, munito di un giunto a smeriglio che permette di dividerli. Uno dei palloni (A) è fornito di un rubinetto che può essere collegato ad una pompa a vuoto o sul quale si può adattare un piccolo imbuto con un raccordo in plastica.

Il tubo diritto che collega i palloni poggia su un meccanismo che assicura la rotazione del complesso attorno al proprio asse, a velocità moderata.

⁽¹⁾ Il bagnomaria dovrà essere riscaldato elettricamente perché nei prodotti della combustione del gas di coke sono presenti tracce di acido cianidrico. Non si dovrà fumare in laboratorio durante l'evaporazione, perché il fumo di tabacco contiene acido cianidrico.

⁽²⁾ Filtraggio inutile in caso di residuo limpido; necessario se l'aria del laboratorio contiene polvere.

⁽³⁾ Alcuni vini (liquorosi, ecc.) danno distillato non limpido anche se filtrato. Occorre allora metterlo in un pallone da distillazione da 200 ml¹ e portarlo a 30 con acqua pura e distillarlo ancora alcalino gettando i primi 15 ml circa di distillato. Raffreddare, acidificare con circa 5 ml di acido solforico diluito e riprendere la distillazione raccogliendo il distillato su 5 ml di soluzione N di idrossido di sodio. Distillare circa 5 ml di liquido che allora sarà limpido.

⁽⁴⁾ Questa aggiunta è facoltativa. Alcuni osservano meglio la comparsa dell'intorbidamento in una soluzione rosa che in una incolore.

⁽⁵⁾ $n' = 0,05$ o 0,1 ml se il volume di acqua usato è inferiore a 10 ml. Perché il viraggio sia sensibile occorre un volume quanto più piccolo possibile, per cui occorre evitare ogni possibile causa di diluizione durante l'operazione principale.

Modo di operare

Mettere 5 ml di soluzione di idrossido di sodio nel pallone B e 5 ml di acqua nel pallone A. Collegare i due palloni col giunto a smeriglio, fare il vuoto nell'apparecchio e scaldare leggermente il contenuto dei due palloni in modo da vaporizzare un po' d'acqua perché il vapore prodotto elimini le ultime tracce di aria. Chiudere il rubinetto e staccare il collegamento con la pompa a vuoto.

Immergere B in acqua fredda, poi in acqua gelata. Mettere con precauzione 100 ml di vino in A, evitando di far entrare aria. Immergere il pallone A in una capsula piena di acqua tiepida. Il vino comincerà a bollire. Attivare la distillazione facendo ruotare lentamente l'apparecchio attorno al proprio asse.

Dopo aver distillato i 2/3 del contenuto del pallone A (occorrono 20 minuti circa) invertire l'apparecchio, immergendo B in acqua tiepida ed A in acqua gelata. Ridistillare in senso inverso circa 1/3 del contenuto di B. Il pallone A contiene l'alcole, le aldeidi, gli esteri, gli ioni ferrocianogeni mescolati al residuo del vino.

Il dosaggio argentimetrico dell'acido cianidrico nel contenuto del pallone B si può allora effettuare come indicato in I.

III. DOSAGGIO DELLE TRACCE DI ACIDO CIANIDRICO TOTALE**Apparecchio**

L'apparecchio è stato descritto al paragrafo 1.

Soluzioni

- Clorammina T all'1% in acqua distillata.
- Tampone a pH 7,5:

Fosfato monopotassico:	94 g;
Idrossido di sodio N:	565 ml;
Acqua distillata q.b.p.:	1 000 ml.
- Soluzione 1,5 N di acido fosforico (0,75 M) — Questa soluzione si ottiene diluendo ad 1/18 (in volume) l'acido fosforico a 60° Bé ($d = 1,71$) e regolando a 1,5 N mediante titolazione con la soluzione N di idrossido di sodio in presenza di fenolftaleina.
- Bis (1-fenil-3-metil-5-pirazolone) — Sciogliere 17,4 g di 1-fenil-3-metil-5-pirazolone in 100 ml di alcole al 95% in volume, aggiungere 25 g di fenilidrazina distillata da poco e far bollire a refluxo per 4 ore. Il miscuglio viene filtrato a caldo e il precipitato lavato più volte con alcole al 95% in volume. Il punto di fusione del prodotto ottenuto è di 320 °C.

L'ebollizione sotto refluxo dovrà protrarsi per oltre 4 ore se dopo questo tempo la comparsa di cristalli gialli è scarsa. Rinnovare il prodotto almeno una volta all'anno.
- Preparazione del reattivo — In un pallone da 100 ml introdurre 150 mg di 1-fenil-3-metil-5-pirazolone e sciogliere con 50 ml di alcole al 95% in volume distillato su idrossido di sodio; portare a 100 ml con acqua distillata.

Pesare a parte 20 mg di bis (1-fenil-3-metil-5-pirazolone) e sciogliere per agitazione prolungata in 20 ml di piridina.

Mescolare le due soluzioni così ottenute versandole in un flacone di vetro giallo avvolto in carta nera.

Conservare in frigorifero.

Modo di operare

Nel pallone da distillazione da 300 ml mettere successivamente 50 ml di vino, 1—2 mg di cloruro rameico e 5 ml di 0,2 N acido solforico.

Il distillato verrà raccolto in un pallone da 40 ml già contenente 4 ml di soluzione N di idrossido di sodio. Distillare fino ad avere 40 ml.

Versare il distillato in un becher da 250 ml e risciacquare il pallone ricevitore con 5 ml di acqua distillata. Segnare il livello del liquido nel becher e porlo su un bagnomaria bollente orientando sulla superficie del liquido un getto di aria fredda piuttosto forte. In circa 15 minuti il volume sarà ridotto a 28—30 ml.

Travasare questo residuo in un pallone da distillazione da 300 ml identico al primo, risciacquando il becher con 5 ml di acqua distillata, e raffreddare il liquido immergendo il pallone in acqua gelata.

Aggiungere poca salda d'amido e 6—7 ml di acido solforico N. Ossidare l'anidride solforosa con soluzione 0,1 N di iodio finché la salda viri al blu ⁽¹⁾. Decolorare la salda aggiungendo poche gocce di soluzione 0,01 N di tiosolfato ed adattare immediatamente il pallone all'apparecchio di distillazione indicato in I.

Distillare lentamente in un primo tempo, poi rapidamente, raccogliendo il distillato in un pallone da 40 ml in cui si trovino 4 ml di soluzione N di idrossido di sodio. Arrestare la distillazione quando nel pallone ricevente sono contenuti 28 ml di liquido.

Mettere in questo pallone 2 ml di soluzione tampone a pH 7,5 e 3 ml di soluzione di acido fosforico 1,5 N mescolando dopo ogni aggiunta.

Verificare con le apposite cartine, che il pH sia effettivamente 7,5 ed eventualmente aggiustarlo. Aggiungere allora 0,3 ml di clorammina T all'1% e lasciar riposare per un minuto e mezzo. Aggiungere 6 ml di reattivo piridina-pirazolone, mescolare e portare a 40 ml con acqua distillata.

Misurare la densità ottica dopo 45—60 minuti a 625 nm rispetto ad un bianco o rispetto all'acqua distillata.

Tarare l'apparecchio con soluzioni ottenute allo stesso modo partendo da 0,1—0,2—0,5—...,5 µg di acido cianidrico nei 40 ml di soluzione.

Sensibilità

Questo metodo permette di dosare quantità di acido cianidrico comprese fra 2 e 300 µg/l di vino.

Se si desidera una minore sensibilità, si possono usare solo 25 o 10 ml di distillato secondario portando a 40 ml. Il prelievo di saggio, posto in un altro pallone da 40 ml, sarà aggiustato allo stesso pH mediante aggiunta di 5 ml di soluzione tampone e di 1,9 ml di soluzione di acido fosforico, se si sono prelevati 25 ml, o di 0,75 ml di soluzione fosforica se si sono prelevati 10 ml. Il dosaggio procede come sopra indicato.

Utilizzando 25 ml di distillato (corrispondenti a 31,25 ml di vino) la sensibilità è compresa tra 3 e 480 µg di acido cianidrico/l di vino.

Utilizzando 10 ml di distillato (corrispondenti a 12,5 ml di vino) essa è compresa tra 8 e 1 200 µg di acido cianidrico/l di vino.

Considerare significativi, circa la presenza di composti cianidrici nel vino, i valori superiori a 300 µg/l (o 0,3 mg/l).

IV. DOSAGGIO DI TRACCE DI ACIDO CIANIDRICO TOTALE

Apparecchio

L'apparecchio, costituito da due palloni da 1 l collegati con un tubo diritto da 30 mm di diametro, è stato descritto al paragrafo II.

Modo di operare

Mettere 4 ml di soluzione N di idrossido di sodio nel pallone B e 50 ml di vino nel pallone A. Effettuare la distillazione come indicato al paragrafo II, facendo ritornare l'alcole, le aldeidi e gli esteri nel pallone A, come ivi indicato.

Immergere il pallone B in acqua gelata per 5 minuti dopo che l'apparecchio è stato smontato. Aggiungere 6 ml di acido solforico N ed ossidare con iodio l'anidride solforosa ⁽¹⁾. Decolorare esattamente la salda con soluzione 0,01 N di tiosolfato e distillare l'acido cianidrico nell'apparecchio da distillazione sotto pressione normale, come indicato al paragrafo I.

Il dosaggio dell'acido cianidrico va effettuato come indicato al paragrafo III.

⁽¹⁾ Tale operazione sarà evidentemente inutile in assenza di anidride solforosa.

22. ANIDRIDE CARBONICA

(biossido di carbonio)

22.1. PRINCIPIO DEI METODI

a) Metodo di riferimento

Dopo ossidazione a freddo dell'anidride solforosa con peridolo in presenza di ioni rameici, l'anidride carbonica, spostata dal vino da una soluzione tampone di fosfato e di acido fosforico viene trascinata a freddo ed in circuito chiuso da una corrente d'aria mantenuta da una piccola pompa a circolazione verso una soluzione titolata di idrossido di bario. L'eccesso di questa base viene poi dosato con una soluzione titolata di acido cloridrico in presenza di un indicatore misto timolftaleina-fenolftaleina.

b) Metodo usuale

Agitando un certo volume di vino in un matraccio di capacità molto maggiore del volume di vino adoperato, l'anidride carbonica si libera in gran parte, fino ad equilibrio delle due fasi. Misurando l'aumento di pressione si può valutare con un'approssimazione sufficiente per la pratica la quantità di anidride carbonica inizialmente contenuta nel vino.

22.2. METODI DI RIFERIMENTO

Apparecchio

Apparecchio di vetro per estrarre la CO_2 in circuito chiuso (figura 1), composto da un pallone da 250 ml ⁽¹⁾ munito di bolla di sicurezza e al quale è applicata una buretta (5), due gorgogliatori (2 e 3), una pompa (4) che assicura la circolazione dell'aria nel circuito (da 2 a 10 bolle al secondo).

Reattivi

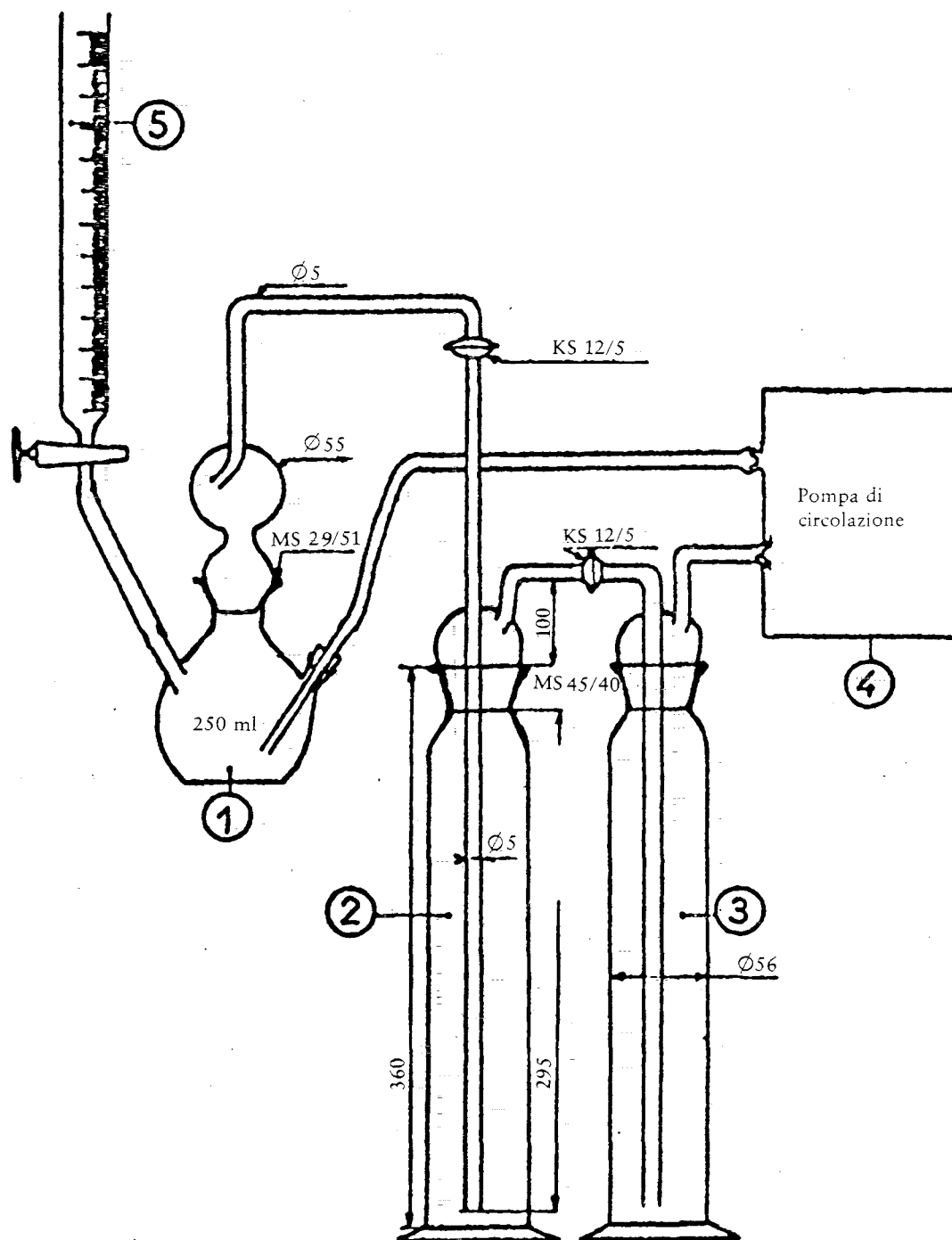
- Soluzione 0,2N di idrossido di sodio.
- Cloruro di bario in soluzione a 90 g/l di $BaCl_2 \cdot 2H_2O$.
- Soluzione di idrossido di bario: mescolare due volumi della soluzione di cloruro di bario a 90 g per litro con un volume di soluzione 0,2N di idrossido di sodio.

Dato che la quantità di soluzione consumata per un dosaggio è di 150 ml, si consiglia di prepararne una quantità sufficiente (per esempio 5l) e di conservarla in un recipiente da cui si possa prelevare al riparo dall'aria.

- Soluzione tampone:

fosfato monosodico $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$:	400 g;
acido fosforico H_3PO_4 ($d_{20} = 1,63$):	50 ml;
acqua distillata q.b.a.:	1 litro.
- Lisciva di soda al 50% (p/p):
soluzione acquosa ($p = 1,525$) contenente 50 g di idrossido di sodio in 100 g di soluzione. Si dovrà usare 15 giorni dopo la preparazione per permettere il deposito dell'eventuale Na_2CO_3 . Deve apparire limpida.
- Acqua ossigenata in soluzione a 10 volumi:

Figura 1

Apparecchio per estrazione di CO₂ in circuito chiuso

Questa soluzione contiene 30,4 g di H₂O₂ per litro;
libera 10 volte il proprio volume di ossigeno per decomposizione catalitica ad opera di MnO₂ in
ambiente alcalino.

- Solfato di rame CuSO₄ · 5H₂O, in polvere.
- Indicatore misto:

fenolftaleina:	1 g,
timolftaleina:	0,5 g,
alcole al 96% in volume:	100 ml.
- Acido cloridrico 0,2N.

Modo di operare

Vini contenenti meno di 4 g di CO₂/l.

La bottiglia di vino dovrà essere tenuta precedentemente sdraiata per una notte in frigo a 0 °C.

Mettere nel gorgogliatore (2) 150 ml esattamente misurati di soluzione di idrossido di bario.

Introdurre nel pallone (1) alcuni cristalli di solfato di rame e 5 ml di acqua ossigenata a 10 vol. Con una pipetta tarata, raffreddata in precedenza a 0 °C, prelevare 50 ml di vino ed immetterli con precauzione nell pallone (1). Sistemare il pallone nel circuito e lasciare in riposo per 10 minuti.

Mettere in moto la pompa e immettere nel matraccio, attraverso la buretta (5) 20 ml di soluzione tampone. Lasciar in funzione per 30 minuti.

Arrestare la pompa e prelevare dal gorgogliatore 50 ml di soluzione di idrossido di bario; titolarli con l'acido cloridrico 0,2N in presenza di indicatore misto. Sia V₂ il numero dei ml usati.

È indispensabile controllare ogni giorno il titolo della soluzione d'idrossido di bario su 150 ml. Sia V₁ il n di ml di acido cloridrico 0,2 N necessari.

Calcoli

Tenore del vino in g/l di CO₂

$$(V_1 - 3V_2) \cdot 0,088$$

Vini contenenti più di 4 g di CO₂/l.

La bottiglia dovrà essere mantenuta una notte sdraiata in frigo a 0 °C. Aprirla con precauzione, prelevarne 50 ml di liquido e introdurrevi 50 ml di lisciva di soda al 50% facendola colare pian piano lungo le pareti della bottiglia.

Riattapparla immediatamente ed omogeneizzarne il contenuto per agitazione, poi metterla in bagnomaria a 20 °C.

Mettere nel gorgogliatore (2) 300 ml esatti di soluzione di idrossido di bario.

Immettere nel pallone (1) pochi cristalli di solfato di rame e 5 ml di acqua ossigenata a 10 volumi.

Prelevare delicatamente con una pipetta 50 ml di vino e immetterli nel pallone. Sistemare questo e lasciar riposare 10 minuti.

Il volume prelevato dovrà essere ridotto a 25 ml se il vino contiene più di 8 g/l di CO₂.

Mettere in moto la pompa e immettere nel pallone (1) attraverso la buretta (5) 40 ml di soluzione tampone. Lasciare in funzione 30 minuti.

Arrestare la pompa e prelevare dal gorgogliatore (2) 50 ml di soluzione di idrossido di bario. Titolarla con acido cloridrico 0,2 N in presenza di indicatore misto. Sia V₂ il numero di ml usati. Sia V₁ il numero di ml di acido cloridrico 0,2 N utilizzati per titolare 150 ml di soluzione di idrossido di bario.

Calcoli

Misurare il volume di liquido residuo nella bottiglia ed aggiungervi il volume del prelievo effettuato per il dosaggio (50 o 25 ml). Sia V il volume totale così determinato. Calcolare poi il fattore di correzione destinato a tener conto dei 50 ml di lisciva di soda al 50% immersi nella bottiglia:

$$f = \frac{V}{V - 50}$$

Se il prelievo per il dosaggio è di 50 ml, il tenore del vino in grammi di CO₂ per litro sarà:

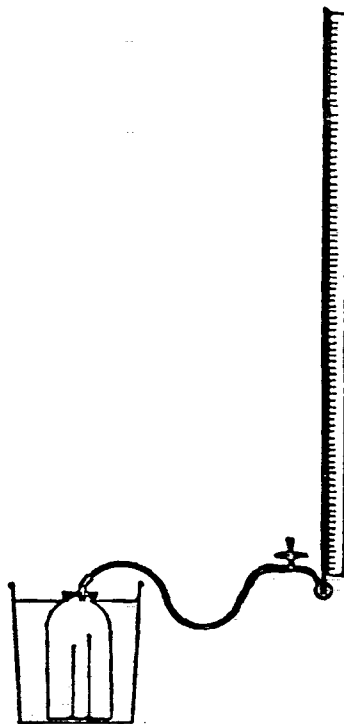
$$(2 V_1 - 6 V_2) \cdot 0,088 \cdot f$$

Questo risultato dovrà essere moltiplicato per 2 se il prelievo è stato di 25 ml.

22.3. METODO USUALE**Apparecchiatura**

1. Manometro ad acqua di 1 m di lunghezza e di 1,5—2 mm di diametro interno; l'ampolla di raccolta è provvista di un rubinetto che consente di metterla in collegamento con l'atmosfera. Il manometro è fissato su un supporto verticale provvisto di una scala graduata mobile. L'ampolla di raccolta contiene circa 3 ml d'acqua. Quando il rubinetto è aperto, lo zero della scala mobile deve essere allineato col livello dell'acqua nello stelo del manometro.

2. 1 flacone da 1 l, provvisto internamente di un tubo del diametro interno di 30 mm e dell'altezza di 140 mm, attaccato al fondo del flacone. Questo può essere chiuso ermeticamente con un tappo piatto a vite. Provvisto a sua volta di un tubo del diametro interno di 4 mm che permette di collegare il « flacone-laboratorio » al manometro attraverso un tubo di gomma a pareti spesse, del diametro interno di 4 mm e della lunghezza di 60 cm. La capacità libera del flacone è di 994 ml.



Per i vini spumanti, i vini e i sidri frizzanti e la birra, impiegare un flacone da 1 l dello stesso modello, ma sprovvisto di tubo centrale. La capacità libera di questo flacone, fino al tubo assicurato al tappo, deve essere 1 030 ml.

3. 1 recipiente da 8 a 10 l, con relativo supporto, per mantenervi la bottiglia immersa fino al collo. Il recipiente va riempito d'acqua a temperatura ambiente. La temperatura dell'acqua deve essere determinata mediante un termometro centigrado con divisioni da mezzo grado.
4. Pipette da 50 ml, 20 ml, 10 ml ed 1 ml, a un solo tratto, il cui tubo di scorrimento deve essere abbastanza lungo da raggiungere il fondo del flacone.

Reattivi

— Soluzione d'idrossido di sodio al 50 % in massa ($\rho_{20}^{20} = 1,50 - 1,54$). Questa soluzione, che va preparata in anticipo, è esente da carbonati se limpida. Essa è tossica e molto caustica: la bottiglia che la contiene deve essere contrassegnata da un'etichetta rossa con l'indicazione « veleno ». Per auspicare i 30 (o 20) ml prescritti per i prodotti ricchi di anidride carbonica, impiegare una peretta di aspirazione. Per prelevare il ml di soda, è sufficiente immergere la pipetta nella soluzione.

Il liquido è corrosivo e non va mai aspirato con la bocca.

— Acido tartarico, in cristalli abbastanza grossi (2—4 mm).

— Soluzione di carbonato sodico anidro puro, contenente 4,73 g/l di Na_2CO_3 .

Per azione dell'eccesso di acido tartarico, questa soluzione libera un volume di anidride carbonica uguale al proprio.

Modo di operare

1. Vini tranquilli ⁽¹⁾

Servendosi di una pompa a caduta d'acqua ed operando per la durata di 2—3 minuti, eliminare accuratamente l'anidride carbonica contenuta in 30—50 ml di vino. In mancanza di pompa a caduta d'acqua o di macchina a vuoto è sufficiente agitare energicamente, per 5—10 secondi in una bottiglia da 1 l, un volume di 30—50 ml di vino.

Travasare il vino in un'altra bottiglia della stessa capacità e ripetere l'operazione. Il vino, praticamente, non contiene più CO_2 (approssimazione: 2—3 %).

⁽¹⁾ Durante l'estate, e per i vini relativamente ricchi di anidride carbonica, è prudente raffreddare a 10 °C la bottiglia contenente il campione di vino prima di stapparla per il prelevamento.

Versare nel flacone-laboratorio alcuni ml del vino degassato. Agitare brevemente per ripartire il vino su tutta la parete del flacone; sgocciolare sommariamente e porre il flacone in bagno d'acqua dopo averlo tappato. Dopo 1—2 minuti il livello dell'acqua nel manometro è stabile.

Tenendo aperto il rubinetto del manometro, introdurre nel tubo centrale una ventina di ml di vino degassato, poi 50 ml del vino in esame, immergendo la pipetta fino al fondo del tubo e facendo in modo che il deflusso non sia rapido.

Rimettere il tappo, chiudere il rubinetto del manometro energicamente per 5—10 secondi. Dopo 1—2 minuti di permanenza nel bagno d'acqua, agitare il flacone per 2 secondi e rimetterlo nel bagno. Quando il livello dell'acqua nel manometro rimane costante, leggere la sovrappressione h . Sia t °C la temperatura del bagno.

Moltiplicando l'altezza dell'acqua nel manometro, espressa in mm, per il coefficiente F , si ottiene la quantità di anidride carbonica, espressa in ml di gas per litro di vino.

Il coefficiente F varia da 1,7 ad 1,9 a seconda della temperatura e della capacità del flacone-laboratorio. Esso è fornito dalla tabella I, 2ª colonna. Per esprimere il risultato così ottenuto in mg/l di vino, esso va moltiplicati per 1,977.

2. Vini frizzanti, spumanti, birra ecc.

Prima di ogni altra operazione, tracciare sul collo della bottiglia di vino spumante un tratto indicante il livello del vino nella bottiglia. Raffreddare la bottiglia piena e tappata alla temperatura di -4 °C. Immediatamente dopo avere stappato la bottiglia (che si presume contenere 80 cl), prelevare 30 ml di vino ⁽¹⁾. Introdurre immediatamente 30 ml ⁽¹⁾ di soda al 50%. Riapplicare il tappo facendo in modo che il volume d'aria compreso fra liquido e tappo sia minimo (3 ml circa). Agitare immediatamente e riportare a temperatura ordinaria.

Nel flacone-laboratorio, privo del tubo centrale, porre 1 ml di soda al 50% e 10 ml di vino alcalinizzato (vini spumanti) o 20 ml di vino alcalinizzato (vini frizzanti). Tappare il flacone ed agitarlo per saturarne l'atmosfera di vapori idroalcolici, poi immergerlo nel bagno d'acqua e attendere 2—3 minuti. Introdurre 4 g di acido tartarico nel flacone, tapparlo immediatamente e chiudere il rubinetto del manometro. Agitare energicamente il flacone per mescolare il vino e l'acido tartarico. Il vino diviene chiaro, l'anidride carbonica si libera e l'acqua risale nel manometro. Porre il flacone nel bagno d'acqua per 1—2 minuti, agitarlo di nuovo, rimetterlo nel bagno d'acqua e prendere nota della sovrappressione h registrata dal manometro quando il livello rimane costante. Sia t °C la temperatura del bagno d'acqua. Dopo tutte le operazioni descritte, misurare esattamente la quantità Q (espressa in ml) di vino contenuto inizialmente nella bottiglia, riferendosi al tratto di riferimento segnato sul collo di essa prima di ogni prelevamento.

Calcoli: La quantità di anidride carbonica contenuta inizialmente nel vino è data dalla formula:

$$X = \frac{Q}{Q - 30} \cdot F \cdot h \text{ ml CO}_2 \text{ per litro di vino}$$

dove:

Q = volume del vino contenuto nel campione prima di ogni operazione,

F = coefficiente fornito dalla tabella 1.

Questo procedimento può essere impiegato per valutare il contenuto totale di anidride carbonica nell'acqua, nelle acque minerali e nelle acque gassate.

Se il flacone di cui si dispone non ha la capacità prevista alla terza riga della tabella 1, il fattore F può essere calcolato con la formula:

$$F = \left(BV + \frac{A}{1 + at} \right) \frac{1000}{10350V}$$

di cui:

B = coefficiente di solubilità dell'anidride carbonica nel vino o nell'acqua, indicato sulla tabella II,

V = volume di vino introdotto nel flacone,

⁽¹⁾ Questo volume si riduce a 20 ml per i vini frizzanti.

TABELLA I
Coefficients F

Tecnica	1	2	2	3
Flacone	con tubo centrale	senza tubo centrale	senza tubo centrale	senza tubo centrale
Capacità del flacone A + V ml	994 ml	1 030 ml	1 030 ml	1 030 ml
Natura del liquido analizzato	Vino tranquillo	Vino spumante	Vino e sidro frizzanti, birra, acqua gassata	acqua non gassata
Volume del liquido introdotto V ml	50 ml	10 ml	20 ml	100 ml
10 °C	1,86	9,55	4,77	0,982
11 °C	1,86	9,51	4,75	0,975
12 °C	1,85	9,48	4,73	0,969
13 °C	1,84	9,45	4,72	0,963
14 °C	1,83	9,42	4,70	0,956
15 °C	1,82	9,39	4,68	0,950
16 °C	1,81	9,35	4,67	0,943
17 °C	1,80	9,32	4,65	0,938
18 °C	1,79	9,29	4,64	0,933
19 °C	1,78	9,26	4,62	0,927
20 °C	1,77	9,23	4,61	0,922
21 °C	1,77	9,20	4,60	0,917
22 °C	1,76	9,17	4,58	0,913
23 °C	1,75	9,14	4,56	0,906
24 °C	1,74	9,11	4,55	0,901
25 °C	1,73	9,08	4,53	0,897
26 °C	1,73	9,04	4,51	0,892
27 °C	1,72	9,01	4,50	0,887
28 °C	1,71	8,98	4,49	0,882
29 °C	1,70	8,95	4,47	0,878
30 °C	1,70	8,92	4,46	0,874

A = volume libero del flacone, diminuito di V, e, nel caso dei vini spumanti, di 1 ml (volume di soda al 50% impiegata) e di 2,5 ml (volume dei 4 g di acido tartarico).

Il rapporto $\frac{1}{1 + at}$ è fornito dalla tabella II, seconda colonna.

NB:

Con questa formula sono stati calcolati gli elementi della tabella I, validi per l'acqua, per i vini da 10 a 14 °C, secchi o contenenti meno di 50 g/l di zucchero, per i vini tranquilli e per i vini spumanti, per i vini e sidri frizzanti, per le birre, per le acque gassate, ecc.

Nota molto importante:

Dopo ogni dosaggio, non dimenticare di rinnovare l'atmosfera del flacone-laboratorio riempiendolo completamente d'acqua per scacciare l'anidride carbonica in esso contenuta.

TABELLA II

Coefficienti di solubilità B della CO₂, espressi in litri di CO₂ a 0° e 760 mm Hg d'acqua o di miscele idroalcoliche alla temperatura di t °C

t °C	$\frac{1}{1 + \alpha t}$	B ⁽¹⁾ acqua	B ⁽²⁾ 10 % vol	B ⁽²⁾ 12 % vol	B ⁽²⁾ 14 % vol	B ⁽²⁾ 10 % vol + 50 g zucchero/l
10	0,965	1,194	1,10	1,08	1,05	1,03
11	0,961	1,154	1,06	1,04	1,02	1,00
12	0,958	1,117	1,02	1,00	0,98	0,96
13	0,955	1,083	0,99	0,97	0,95	0,92
14	0,951	1,050	0,95	0,93	0,91	0,89
15	0,948	1,019	0,92	0,90	0,88	0,85
16	0,944	0,985	0,88	0,86	0,84	0,82
17	0,941	0,956	0,85	0,83	0,81	0,79
18	0,938	0,928	0,82	0,80	0,78	0,76
19	0,935	0,902	0,79	0,77	0,75	0,73
20	0,932	0,878	0,76	0,74	0,72	0,71
21	0,929	0,847	0,74	0,72	0,70	0,68
22	0,926	0,820	0,71	0,69	0,66	0,66
23	0,923	0,794	0,69	0,67	0,64	0,63
24	0,920	0,770	0,66	0,64	0,62	0,61
25	0,917	0,759	0,64	0,62	0,60	0,59
26	0,913	0,738	0,62	0,60	0,58	0,57
27	0,910	0,718	0,60	0,58	0,56	0,55
28	0,907	0,700	0,58	0,56	0,54	0,53
29	0,904	0,685	0,56	0,54	0,52	0,51
30	0,901	0,665	0,55	0,53	0,51	0,50

⁽¹⁾ Secondo la tabella di Bohr.

⁽²⁾ Secondo la tabella di Agabalianz.

Controllo del metodo

È necessario esercitarsi con la soluzione titolata di carbonato sodico che, sotto l'azione di un eccesso di acido tartarico, libera un uguale volume di anidride carbonica.

Precisione del metodo

Questo metodo ha una precisione dell'ordine del 3—5 %, che in pratica è sufficiente perché l'anidride carbonica sfugge molto facilmente dal vino nel corso dei vari travasi.

Relazione per la pressione e la quantità di anidride carbonica contenuta in un vino spumante

La quantità di anidride carbonica contenuta in un vino spumante è data dalla seguente relazione:

— in litri di CO₂ per litro di vino: $(1 + 0,987 \cdot P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$

— in g di CO₂ per litro di vino: $1,977 (1 + 0,987 \cdot P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$

dove:

P = sovrappressione di CO₂ nel recipiente, espressa in bar, a 20 °C

A = gradazione alcolometrica volumica

s = contenuto in zuccheri del vino, in g/l.

Calcolo

Sia P_t la sovrappressione, espressa in bar, determinata alla temperatura t mediante l'afometro. Moltiplicando P_t per 0,987 (1 bar = 0,987 atmosfere) ed aggiungendo 1 si ottiene la pressione assoluta a t °C (Pa_t), espressa in atmosfere.

Servendosi della tabella riportata qui di seguito, si calcola Pa_{20} (pressione assoluta a 20 °C), espressa in atmosfere.

Pa_{20} è collegata a P (sovrappressione a 20 °C, espressa in bar) dalla relazione $Pa_{20} = 1 + 0,987 P$ che permette di calcolare P .

La quantità di anidride carbonica contenuta in un vino spumante è data dalle seguenti relazioni:

- in litri di CO_2 per litro di vino: $Pa_{20} (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$
ovvero $(1 + 0,987 P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$
- in grammi di CO_2 per litro di vino: $1,977 Pa_{20} (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$
ovvero $1,977 (1 + 0,987 P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$

Osservazioni:

1. Se l'afometro è graduato in pressione assoluta e in atmosfere, la pressione misurata deve essere riportata a 20 °C moltiplicandola per il coefficiente $\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$ fornito dalla tabella qui di seguito.
2. Se l'afometro è graduato in atmosfere di sovrappressione, prima di effettuare la correzione bisogna aggiungere 1 alla misura letta.

In ambedue i casi, una volta ottenuto Pa_{20} , è possibile calcolare P (sovrappressione in bar a 20 °C), nonché la quantità di anidride carbonica contenuta nel vino espressa in litri di CO_2 o in grammi di CO_2 per litro di vino.

Rapporto fra la pressione assoluta Pa_{20} di un vino spumante a 20 °C e la pressione assoluta Pa_t a una temperatura di t °C

t °C	$\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$	t °C	$\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$	t °C	$\frac{Pa_{20}}{Pa_t}$
— 5	2,44	9	1,50	23	0,90
— 4	2,36	10	1,44	24	0,87
— 3	2,29	11	1,39	25	0,84
— 2	2,21	12	1,34	26	0,81
— 1	2,14	13	1,29	27	0,78
0	2,07	14	1,24	28	0,75
1	2,00	15	1,20	29	0,72
2	1,93	16	1,16	30	0,70
3	1,86	17	1,11	31	0,68
4	1,80	18	1,07	32	0,66
5	1,73	19	1,03	33	0,64
6	1,67	20	1,00	34	0,62
7	1,61	21	0,97	35	0,60
8	1,55	22	0,93		

NB:

Le espressioni sopra riportate sono utilizzabili per contenuti in alcole compresi fra 10 e 14% (v/v) e per tenori in zuccheri compresi fra 0 e 100 g/l. Poiché la composizione dei vini non è costante, l'approssimazione si limita al 2—3%.

23. ISOSOLFOCIANATO DI ALLILE

1. Principio del metodo unico

L'isosolfocianato di allile, eventualmente presente nel vino, viene raccolto per distillazione ed individuato per via gascromatografica.

2. Reattivi

2.1. Etanolo per analisi

2.2. Soluzione standard: soluzione alcolica di isosolfocianato di allile contenente 15 mg/l di principio attivo

2.3. Miscela frigorifera costituita da etanolo e ghiaccio secco (temperatura -60°C)

3. Apparecchiatura

3.1. Apparecchiatura da distillazione in corrente di azoto come da figura

3.2. Mantello riscaldante termoregolabile

3.3 Flussimetro

3.4. Gascromatografo con rivelatore spettrofotometrico di fiamma muniti di filtro selettivo per composti solforati ($\lambda = 394 \text{ nm}$)

3.5. Colonne cromatografiche in acciaio, diametro interno 3 mm, lunghezza 3 m, riempite con carbowax 20 M al 10% su cromosorb, WHP 80 — 100 mesh

3.6. Microsiringhe da $10 \mu\text{l}$

4. Modo di operare

Prelevare 2 l di vino nel pallone da distillazione. Introdurre pochi ml di etanolo nei due tubi di raccolta fino a completa immersione del tratto poroso dei pescanti per la dispersione dei gas. Raffreddare esternamente i due tubi con la miscela frigorifera. Collegare il pallone ai tubi di raccolta ed iniziare l'immissione nell'apparecchio di un flusso di azoto alla portata di circa 3 l l'ora. Riscaldare il vino a 80°C regolando opportunamente la temperatura del mantello termoregolabile e raccogliere complessivamente 45—50 ml di distillato.

Stabilizzare il gascromatografo; a tal fine sono consigliate le seguenti condizioni operative:

— temperatura dell'iniettore 200°C ,

— temperatura della colonna 130°C

— gas di trasporto elio con un flusso di 20 ml al minuto.

Introdurre con l'apposita microsiringa una quantità di soluzione standard tale che il picco corrispondente all'isosolfocianato di allile possa essere agevolmente individuato sul gascromatogramma.

Introdurre quindi un'aliquota del distillato e controllare se in corrispondenza del tempo di ritenzione dell'isosolfocianato di allile si ha comparsa di picchi.

Nelle condizioni adottate nella prova, non vi sono normalmente composti naturali del vino interferenti in corrispondenza del tempo di ritenzione della sostanza ricercata.

Apparecchiatura di distillazione in corrente di azoto

