

APARATO "RANKINE" PARA LA DETERMINACION DE ANHIDRIDO SULFUROSO EN VINOS.

La Determinación de anhídrido sulfuroso en vinos, por los actuales métodos yodométricos, tiene dos limitaciones importantes:

- La determinación en vinos tintos, no es exacta ya que el color del vino oscurece el viraje del almidón del yodo.
- Igualmente el método no exacto en vinos a los que han añadido ácido ascórbico u otros agentes reductores del yodo.

El método de "RANKINE" permite determinar anhídrido sulfuroso libre y total con igual facilidad y eficacia en vinos blancos y tintos, sin que la presencia de ascórbico u otros agentes reductores; alteren el resultado final del análisis.

Principio Teórico:

Este método tiene dos fases, una a temperatura ambiente para determinar el anhídrido sulfuroso libre y otra a ebullición para determinar el combinado.

Anhídrido sulfuroso libre:

Se mezcla la muestra de vino con ácido fosfórico hasta aproximadamente pH 1 y se hace borbotear aire.

Este aire arrastra al anhídrido sulfuroso libre, pasa a través de un refrigerante que impide el paso de ácidos volátiles y borbotea en una solución de peróxido de hidrógeno.

Toda la operación se efectúa a temperatura ambiente.

El anhídrido sulfuroso en contacto con peróxido de hidrógeno, se oxida formando ácido sulfúrico que es posteriormente valorado por un álcali diluido. La cantidad de álcali utilizado es proporcional al anhídrido sulfuroso libre presente en el vino.

Anhídrido sulfuroso combinado:

Seguidamente se puede determinar el anhídrido sulfuroso combinado en la misma muestra, reemplazando la solución de peróxido de hidrógeno y haciendo pasar aire de nuevo, mientras el vino acidificado hierve lentamente.

El anhídrido sulfuroso total puede ser determinado en una operación similar, omitiendo el arrastre a temperatura ambiente.

Reactivos:

Acido Fosfórico al 25%. -Se prepara con 280 ml. de ácido fosfórico 90% y agua destilada hasta 1 litro.

Indicador. -Se diluyen 0,100 gr. de rojo de metilo y 0,050 gr. de azul de metilo en alcohol del 50% hasta 1 litro de solución.

Hidróxido de sodio N/100. -Se prepara con 0,41 gr. de Hidróxido sódico y agua destilada, que haya sido hervida recientemente y enfiada, hasta hacer 1 litro.

Peróxido de hidrógeno al 0,3%. -Se prepara con 10 ml de peróxido de hidrógeno 3% (10 volúmenes) diluido a 100 ml con agua destilada. Debe prepararse la solución diariamente.

La solución de peróxido de hidrógeno al 3% es inestable y debe ser almacenada en el frigorífico. Si hay alguna duda de la concentración de la solución, puede comprobarse de la siguiente forma:

- Se prepara una solución de permanganato potásico N/10, añadiendo 3,2 gr. de permanganato potásico a 900 ml. de agua destilada, se hierve durante 15 minutos, se deja enfriar y se añade agua destilada hasta un litro de solución.

- En un erlenmeyer de 250 ml, conteniendo 80 ml de agua destilada, se añade 1 ml de la solución de peróxido de hidrógeno al 3%, 5 ml. de ácido sulfúrico diluido (1 ácido-5 agua) y 10 ml de la solución de permanganato. Se agita y el color rosado debe desaparecer. Si permanece, el peróxido de hidrógeno ha perdido su eficacia y debe ser desechado.

INSTRUCCIONES:

Circulación de Aire:

La oliva se conecta a una trompa de agua con objeto de provocar un arrastre de aire.

El tubo G es un regulador de vacío. Consiste en un cilindro lleno de agua y provisto de una tapa con una unión roscada y dos salidas a través de la unión roscada pasa un tubo hasta el fondo del cilindro y las dos salidas se conectan una a la trompa de agua y la otra al aparato.

La distancia de inmersión del tubo de vidrio dentro del agua, determina el vacío, que puede variarse a voluntad, alzando o bajando dicho tubo. (Este párrafo no es válido si se trabaja con bomba de membrana de impulsión)

El aire entra por el tubo A, borbotea dentro del matraz B, arrastra al sulfuroso a través del refrigerante D y borbotea en el matraz forma corazón F. En este lugar el anhídrido sulfuroso se convierte en sulfúrico y el aire sale por la oliva I hacia la trompa de agua.

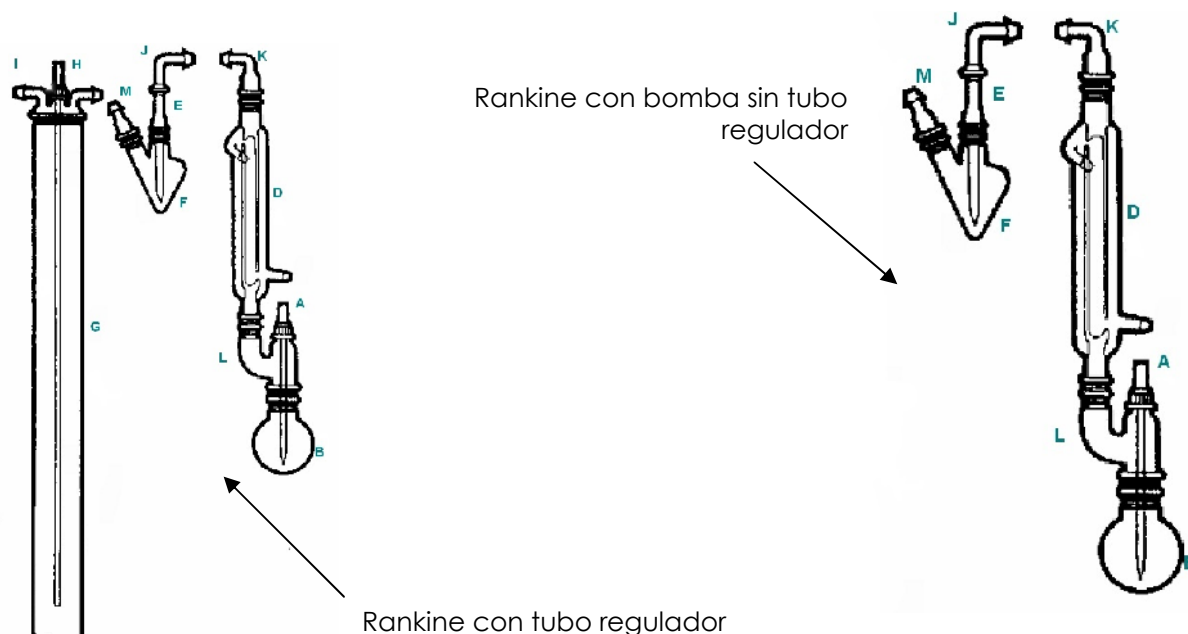
DETERMINACION DE ANHIDRIDO SULFUROSO LIBRE.

Preparación del aparato.

Se carga el matraz forma corazón F con 10 ml de la solución de peróxido de hidrógeno 0,3% y 3 gotas de indicador con lo que la solución debe volverse morada y se ajusta el color a verde oliva con unas gotas de la solución de hidróxido sódico N/100.

El matraz B se carga con 20 ml de la muestra de vino y 10 ml de la solución de ácido fosfórico 25%. Si se ha de medir anhídrido sulfuroso combinado o total en cantidad a 160 partes por millón, debe cargarse el matraz con la mitad de vino y ácido fosfórico.

Una vez conectados ambos matraces al aparato se hace circular agua por el refrigerante y por la trompa de agua.





suministros de laboratorio

C/ Vazquez de Menchaca, Nº1. Nave 12. Polig. de Argales. 47008 Valladolid. Tels.: 983 202 342 * 983 202 599. Fax: 983 307 570
www.jjimeno.com - jjimeno@jjimeno.com

Arrastre.

El peso de aire a través del matraz forma corazón F debe ser bastante rápido y el ritmo de ajustarse de modo que todo el anhídrido sulfuroso libre sea arrastrado, en menos de 15 minutos ya que hasta a temperatura ambiente, hay un leve desprendimiento de anhídrido sulfuroso combinado y si el arrastre se prolonga demasiado, puede inducir a error.

La regulación de la corriente de aire se efectúa alterando la inmersión del tubo de vidrio H. La solución de peróxido de hidrógeno debe tomar un color morado.

Valoración.

Después de 15 minutos de arrastre a temperatura ambiente, se desconecta el matraz forma corazón F, se lava el borboteador E con agua destilada, dentro del matraz y se valora en el mismo matraz F con la solución de hidróxido sódico N/100 hasta obtener el color verde oliva con que iniciamos la operación.

Para vinos recién fermentados o con poco SO₂:

Los ml. de sosa gastados x 32 = mg/l. de SO₂L.

Para vinos elaborados:

Los ml. de sosa gastados x 16 = mg/l de SO₂L.

Para 20 ml de vino, la cantidad de ml de la solución de hidróxido sódico gastados, multiplicado por 16 equivale a partes por millón de anhídrido sulfuroso.

DETERMINACION DE ANHIDRIDO SULFUROSO COMBINADO.

Se determina en la misma muestra reemplazando la solución de peróxido de hidrógeno con indicador y calentando débilmente el matraz B de modo que el vino acidificado hierva lentamente. En menos de 15 minutos todo el anhídrido sulfuroso combinado es arrastrado hacia la solución de peróxido de hidrógeno.

La valoración y el cálculo se efectúa de igual forma que para el anhídrido sulfuroso libre. El anhídrido sulfuroso total es igual a la suma del libre más el combinado.

NOTA: Una cantidad de ácido acético presente en el vino, inferior a 1,2 gr. por litro tiene un efecto nulo, pero por encima de esta cantidad se arrastran junto con el anhídrido sulfuroso, trazas de ácido acético que alteran el resultado final del análisis.

Si el vino contiene más de 1,2 gr. por litro de ácido acético, es necesario efectuar una determinación en blanco. Para ello se añaden unas gotas de peróxido de hidrógeno 0,3% al vino acidificado, antes del arrastre.

Se arrastra, y la cantidad así obtenida, se resta del resultado hallado en la determinación que no hemos añadido peróxido al vino.