

DETERMINAZIONE DELL'ANIDRIDE SOLFOROSA LIBERA E TOTALE IN UN VINO TRAMITE TITOLAZIONE REDOX

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Si definisce:

- **Anidride solforosa libera:** anidride solforosa presente nel vino o nel mosto allo stato di gas e allo stato di combinazioni inorganiche H_2SO_3 (frazione indissociata), HSO_3^- (frazione semidissociata) e SO_3^{2-} (frazione totalmente dissociata).
- **Anidride solforosa combinata:** anidride solforosa legata a composti di natura aldeidica, principalmente aldeide acetica.
- **Anidride solforosa totale:** la somma delle due. L'anidride solforosa totale è circa 160 ppm (mg/l) per i vini rossi e circa 200 ppm per i vini bianchi e rosati.

L'anidride solforosa libera viene determinata tramite titolazione redox iodimetrica a $\text{pH} < 1$.

L'anidride solforosa totale viene determinata allo stesso modo, ma dopo reazione con NaOH per liberare l'anidride solforosa combinata.

L'anidride solforosa combinata viene determinata per differenza tra le altre due.

REAGENTI:

- I_2 in soluzione 0.01 N (già pronta);
- soluzione H_2SO_4 diluito 1:4 con acqua (già pronta);
- soluzione NaOH 4M (già pronta);
- soluzione di salda d'amido (1% in H_2O) (già pronta).

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- Buretta da 50 ml;
- Beute e becher;
- Matracci da 250 ml;
- Vetrini da orologio per pesata;
- Bilancia analitica;
- pH-metro;
- pipetta automatica;
- pipette Pasteur.

CAMPIONE:

Vino bianco o rosso commerciale, circa 350 ml.

SCHEDE DI SICUREZZA:

Consultare le schede di sicurezza dei reagenti (disponibili in laboratorio) e riportare sul quaderno di laboratorio, se presenti, le indicazioni di pericolo (frasi H) per ogni reagente, che si trovano nella SEZIONE 2 della scheda.

Inoltre leggere in particolare: i consigli di prudenza (frasi P), se presenti, nella SEZIONE 2; la SEZIONE 4 ("*Misure di primo soccorso*") e la SEZIONE 8 ("*Controllo dell'esposizione/protezione individuale*").

PROCEDURA:

➤ PARTE 1 Determinazione dell'anidride solforosa libera

- Introdurre 50 ml di campione di vino in una beuta da 250 ml;
- Aggiungere 1.5 ml di soluzione H_2SO_4 diluito 1:4 e agitare manualmente;

- Aggiungere 2 ml di soluzione di salda d'amido (5 ml se il vino è rosso), la soluzione rimane del colore del vino;
- Avvinare una buretta da 50 ml con circa 10 ml della soluzione di I_2 0.01 N e versare poi nel becher degli scarti i 10 ml di soluzione utilizzata per l'avvinamento;
- Riempire e azzerare la buretta con la soluzione di I_2 0.01 N (attenzione alle bolle nel beccuccio);
- Mettere sotto alla beuta un foglio di carta bianca per poter meglio apprezzare il viraggio;
- Titolare sotto agitazione manuale il campione di vino con la soluzione di I_2 0.01 N (lavare periodicamente le pareti della beuta, usando la spruzzetta, per portare in soluzione eventuali goccioline di reattivo schizzate via) fino a comparsa di colorazione blu scuro persistente per 15 s. Annotare il volume aggiunto leggendo il volume al punto di arresto a due cifre decimali;
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

➤ **PARTE 2 Determinazione dell'anidride solforosa totale**

- Introdurre 5 ml di NaOH 4M in una beuta da 250 ml;
- Aggiungere 50 ml di campione di vino e agitare manualmente;
- Tappare la beuta con il parafilm e lasciare al buio per 15 min;
- Aggiungere 5 ml di soluzione H_2SO_4 diluito 1:4 e agitare manualmente (Attenzione!!! avviene una reazione acido-base tra NaOH e H_2SO_4 !!!);
- Aggiungere 2 ml di soluzione di salda d'amido (5 ml se il vino è rosso), la soluzione rimane del colore del vino;
- Riempire e azzerare una buretta da 50 ml con la soluzione di I_2 0.01;
- Mettere sotto alla beuta un foglio di carta bianca per poter meglio apprezzare il viraggio;
- Titolare sotto agitazione manuale il campione di vino con la soluzione di I_2 0.01 N (lavare periodicamente le pareti della beuta, usando la spruzzetta, per portare in soluzione eventuali goccioline di reattivo schizzate via) fino a comparsa di colorazione blu scuro persistente per 15 s. Annotare il volume aggiunto leggendo il volume al punto di arresto a due cifre decimali;
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

SMALTIMENTO DEI RIFIUTI:

Le soluzioni possono essere smaltite nel lavandino facendo scorrere acqua dal rubinetto, poiché il laboratorio è collegato ad un sistema di depurazione degli scarichi.

LAVAGGIO VETRERIA:

Risciacquare con acqua di rubinetto, poi con acqua distillata.

ESPRESSIONE DEI RISULTATI:

- ✓ Scrivere la reazione redox bilanciata tra SO_2 e I_2 ;
- ✓ Scrivere le formule necessarie per calcolare la concentrazione di anidride solforosa libera (in ppm) dai risultati della PARTE 1. Esprimere il risultato finale come media delle 3 titolazioni, calcolare la deviazione standard. Esprimere l'incertezza utilizzando la t di Student per un livello di confidenza del 95% ($t_{0.05,2} = 4.303$). Fare attenzione alle cifre significative;
- ✓ Calcolare la concentrazione di anidride solforosa totale (in ppm) dai risultati della PARTE 2 Esprimere il risultato finale come media delle 3 titolazioni, calcolare la deviazione standard. Esprimere l'incertezza

utilizzando la t di Student per un livello di confidenza del 95% ($t_{0.05,2} = 4.303$). Fare attenzione alle cifre significative;

- ✓ Calcolare la concentrazione di anidride solforosa combinata (in ppm) per differenza delle altre due. Per calcolare l'incertezza associata utilizzare la formula di propagazione dell'errore per le somme/sottrazioni:

Propagazione dell'errore per operazioni di somma o sottrazione:

$$\text{Risultato} \leftarrow R = A + B \qquad e_{\text{tot}} = \sqrt{e_A^2 + e_B^2}$$

DOMANDE:

- Costruire un grafico con la curva di titolazione utilizzando la media dei risultati ottenuti per effettuare i calcoli necessari;
- Spiegare il funzionamento dell'indicatore;
- Calcolare la molarità dell' H_2SO_4 diluito 1:4;
- Spiegare perché è necessario utilizzare H_2SO_4 diluito.