

Metodi di analisi di metalli

(Metodo permanganometrico)

DETERMINAZIONE DEL CALCIO

Il tenore in calcio nei vini è limitato , in funzione del pH e del titolo alcolometrico , dal prodotto di solubilità del tartrato di calcio ($C_4 H_4 O_6 Ca \cdot 4 H_2 O$) .

La solubilità di questo sale diminuisce col tenore in alcol e, infatti , i vini contengono sempre meno calcio del mosto che ha dato loro origine .

Si nota che questi equilibri vengono raggiunti lentamente.

I vini bianchi contengono da 80 a 140 mg / l di calcio .

Il loro contenuto più elevato in acidi , e particolarmente in solfito e solfato quando sono dolci , solubilizza il calcio più che nei vini rossi .

Il calcio ha una funzione importante nei vini .

Come il potassio, ma più energicamente di questo perché bivalente, esso assicura la precipitazione dei colloidali , particolarmente del fosfato ferrico della casse ferrica e del colloide formato per azione del tannino sulle gelatine dei vini .

Nella disacidificazione dei vini col carbonato di calcio il tenore in calcio del vino trattato aumenta fortemente.

E' stato dimostrato che le precipitazioni di tartaro nel vino in bottiglia sono dovute alla formazione di tartrato di calcio .

Questo deposito dipende meno che il bitartrato di potassio dalla temperatura e il deposito può formarsi anche in estate .

METODO PERMANGANOMETRICO

PRINCIPIO DEL METODO

Il calcio del vino viene insolubilizzato come ossalato di calcio, separato e l'acido ossalico liberato da quest'ultimo mediante aggiunta di acido solforico, viene titolato con permanganato di potassio. La fine della titolazione è indicata dalla presenza del piccolo eccesso di permanganato che colora la soluzione di rosa. Si evita l'ossidazione dei polifenoli agendo sul vino completamente decolorato con carbone.

REAGENTI

- Soluzione di permanganato di potassio KMnO_4 0,1 N ;
- Soluzione satura di ossalato di ammonio $(\text{NH}_4)_2 \text{C}_2\text{O}_4$ al 4% ;
- Acido cloridrico HCl 1:2 ;
- Acido solforico $\text{H}_2 \text{SO}_4$ 1:5 ;
- Idrossido di ammonio NH_4OH 1:2 ;
- Rosso di metile al 0,1% in alcol etilico ;
- Soluzione di nitrato di argento AgNO_3 0,1N ;
- Carbone esente da calcio oppure carbone decolorato lavato per decantazione con acido cloridrico diluito .

PROCEDIMENTO

- A 50 ml di vino posti in un becher si aggiungono 2 – 3 ml di acido cloridrico HCl 1:2 e 1 g di carbone ;
- Si porta all'ebollizione e si filtra a caldo con filtro piccolo (tipo SS fascia nera), raccogliendo il filtrato in un altro becher lavando becher e filtro per due volte con acqua calda : eventuali tracce di carbone non filtrato non ostacolano la titolazione ;
- Si porta all'ebollizione , si toglie il becher dalla fiamma , si versano subito circa 15 ml di ossalato di ammonio , 3 – 4 gocce di rosso metile e si porta la soluzione al giallo – arancio con l'idrossido di ammonio . Si agita con la bacchetta di vetro per 1 minuto e si attende circa 1 ora .

- Si filtra (carta SS fascia bianca) e si eseguono vari lavaggi con acqua distillata sul filtro : le ultime porzioni di filtrato devono restare limpide dopo aggiunta di un po' di soluzione di nitrato di argento così da escludere ogni residuo dell'ossalato aggiunto .
- Nel becher contenente eventuali residui di precipitato , si introduce il filtro di carta con il precipitato (eliminati i bordi non contenenti precipitato) , si versano 5 ml dell'acido solforico 1:5 e 30 – 40 ml di acqua deionizzata .
- Si porta quasi all'ebollizione e si titola lentamente goccia a goccia con permanganato di potassio KMnO_4 0,1 N fino al colore rosa persistente per almeno 1 minuto .

CALCOLI

$$\text{CALCIO mg/l} = \text{ml KMnO}_4 \text{ 0,1 N} \times 40$$

40 = massa atomica del calcio (valenza = 2) : la massa equivalente è 20 ; tuttavia poiché si utilizzano 50 ml di vino si deve moltiplicare 20 x 20 in modo da riferire al litro il dato (1000 ml /50 ml = 20) ; si ottiene 400 che deve essere diviso per 10 poiché il KMnO_4 è 0,1 N quindi 400 : 10 = 40.