

Analisi del vino

Tracce di rame, piombo ferro e zinco possono essere presenti nel vino come contaminanti derivati dalle usuali pratiche di produzione sia delle uve che del vino vero e proprio. L'anidride solforosa viene invece aggiunta per controllare la fermentazione.

Sebbene i metodi ufficiali si basino essenzialmente sull'utilizzo della Spettrofotometria di Assorbimento atomico, esiste un'altra tecnica, equivalente, ma più economica, che consente di effettuare con successo l'analisi di metalli in tracce nel vino, con le stesse prestazioni analitiche: la Voltammetria.

La Voltammetria necessita solo di una piccola bombola di azoto per deareare il campione e una normale dotazione di vetreria e di reagenti di laboratorio; i metalli possono essere determinati come frazione libera nel vino tal quale, oppure come presenza totale, dopo un breve trattamento acido.

Tutte le procedure sono semplici e sono riportate nel manuale dell'utilizzatore. Di seguito sono riportati alcuni esempi di analisi voltammetriche di alcuni campioni di vino.

Tecniche voltammetriche e parametri analizzabili nel vino:

- Cu, Pb, Cd e Zn mediante DPASV
- Fe mediante DPV
- Anidride solforosa mediante DPV

Determinazione del rame, del piombo, dello zinco e del cadmio

Con questo metodo si determinano i metalli *totali* presenti nel vino.

Se interessa la determinazione dei metalli *liberi*, non legati alla frazione organica, operare sul vino al quale.

Metodo accurato

Versare 10 - 25 ml di vino in matraccio tarato da 50 ml, aggiungere 0.8 ml di HNO₃ conc. Scaldare a 50°C per un'ora. Raffreddare e portare a volume con HCl 0.2 M.

Metodo veloce

Versare 10 - 25 ml di vino in matraccio tarato da 50 ml e portare a volume con HCl 2 M. La percentuale di recupero dei metalli ottenibile con questo metodo è elevata per molti tipi di vino.

Analisi voltammetrica

Versare 10 ml di soluzione nella cella e procedere, in sequenza, alla determinazione prima di Piombo e Cadmio, poi di Rame. Aggiungere poi NH₃ fino ad ottenere un pH compreso tra 3 e 6 e poi determinare lo zinco.

Analisi del bianco

Determinare la concentrazione di Pb, Cd e Zn nei reattivi utilizzati per la preparazione del campione. Utilizzare il metodo della sottrazione diretta. Il rame è solitamente assente nei reattivi utilizzati.

Determinazione del Ferro

Il ferro si può determinare direttamente, senza alcun trattamento preliminare. La soluzione va degasata accuratamente (anche 10 min) perché il potenziale di scarica dell'ossigeno coincide con quello del ferro.

Analisi voltammetrica

Versare nella cella 10 ml di elettrolita di supporto e 2 – 5 ml di campione. Degasare molto bene. Ripetere la scansione fino a quando non si ottiene un picco riproducibile (tutto l'ossigeno è stato eliminato).

Analisi del bianco

Determinare il Fe nell'elettrolita di supporto e utilizzare il metodo della sottrazione diretta. In alternativa si può utilizzare il metodo della sottrazione punto a punto se si effettua la scansione del bianco (10 ml di elettrolita di supporto) prima di quella del campione.

Determinazione dell'anidride solforosa

Si può determinare l'anidride solforosa libera direttamente sul campione tal quale o quella totale, mediante un trattamento con KOH.

In ogni caso la determinazione va effettuata il più presto possibile, dopo l'apertura del contenitore.

Anidride solforosa totale

Versare 10 ml di campione in 2 ml di KOH (o NaOH) 3 M, lentamente, tenendo la punta della pipetta immersa nella soluzione di KOH.

Analisi voltammetrica

Versare 10 ml di elettrolita di supporto nella cella. Degasare accuratamente (l'ossigeno potrebbe ossidare l'SO₂). Aggiungere 0.1 – 5 ml di vino (SO₂ libera) o di vino trattato (SO₂ totale).

Analisi del bianco

Non è usualmente necessario procedere all'analisi del bianco.

Analisi del Piombo

Analisi: Barbera

Concentrazione campione = 141 $\mu\text{g/l}$

Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

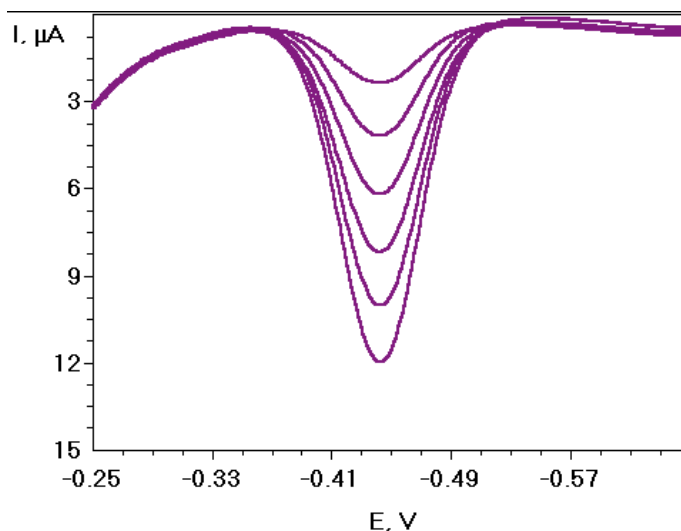
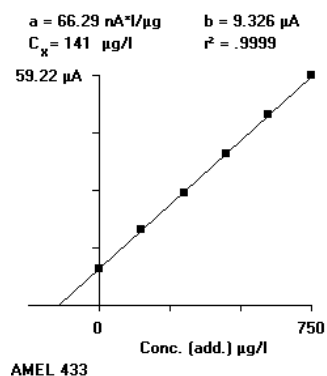
| | |
|-----------------|---------------------------|
| Volume Solvente | 0 (ml) |
| Volume Supporto | 8 (ml) |
| Volume Campione | 2 (ml) |
| Conc. Standard | 10000 ($\mu\text{g/l}$) |

Tabella Altezze

| # | Pot. Picco | Altezza |
|---|------------|---------------------|
| 0 | -442.8 | 1.884 μA |
| 1 | -442 | 3.859 μA |
| 2 | -442.8 | 5.779 μA |
| 3 | -442.8 | 7.726 μA |
| 4 | -443.5 | 9.697 μA |
| 5 | -442.8 | 11.66 μA |

Dati Regressione

| # | Conc. Agg. | Altezza x diluizione | |
|---|-------------------|----------------------|---|
| 0 | 0 $\mu\text{g/l}$ | 9.420 μA | $y = ax + b$ |
| 1 | 150 " | 19.35 μA | $a = 66.29 \text{ nA} \cdot \text{l}/\mu\text{g}$ |
| 2 | 300 " | 29.07 μA | $b = 9.326 \mu\text{A}$ |
| 3 | 450 " | 38.98 μA | $r^2 = .9999$ |



| | | |
|---|-------|---------------------|
| 4 | 600 " | 49.07 μA |
| 5 | 750 " | 59.22 μA |

Analisi del Rame

Analisi: Barbera

Concentrazione campione = 584 $\mu\text{g/l}$

Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

| | |
|-----------------|---------------------------|
| Volume Solvente | 0.15 (ml) |
| Volume Supporto | 8 (ml) |
| Volume Campione | 2 (ml) |
| Conc. Standard | 10000 ($\mu\text{g/l}$) |

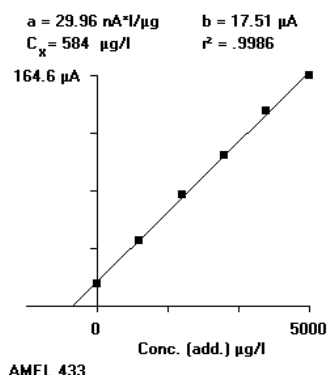
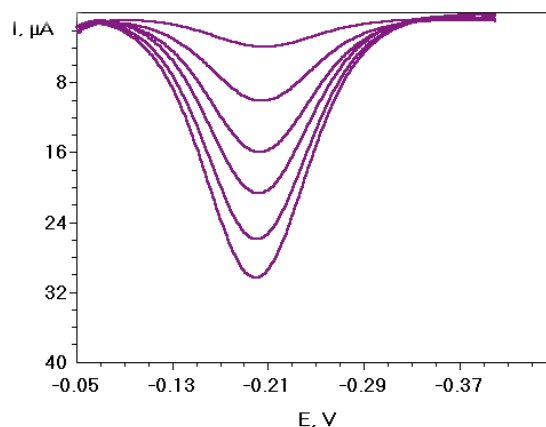


Tabella Altezze

| # | Pot. Picco | Altezza |
|---|------------|---------------------|
| 0 | -207.3 | 3.142 μA |
| 1 | -205.8 | 9.061 μA |
| 2 | -202.8 | 15.15 μA |
| 3 | -201.9 | 20.02 μA |
| 4 | -200.5 | 25.46 μA |
| 5 | -199.8 | 29.52 μA |

Dati Regressione

| # | Conc. Agg. | Altezza x diluizione | |
|---|-------------------|----------------------|--------------------------------------|
| 0 | 0 $\mu\text{g/l}$ | 15.95 μA | $y = ax + b$ |
| 1 | 1000 " | 46.90 μA | $a = 29.96 \text{ nA}^*/\mu\text{g}$ |
| 2 | 2000 " | 79.92 μA | $b = 17.51 \mu\text{A}$ |
| 3 | 3000 " | 107.6 μA | $r^2 = .9986$ |



| | | |
|---|--------|---------------------|
| 4 | 4000 " | 139.4 μA |
| 5 | 5000 " | 164.6 μA |

Analisi dello Zinco

Analisi: Barbera

Concentrazione campione = 1 mg/l

Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

| | |
|-----------------|-----------|
| Volume Solvente | 2.15 (ml) |
| Volume Supporto | 8 (ml) |
| Volume Campione | 2 (ml) |
| Conc. Standard | 10 (mg/l) |

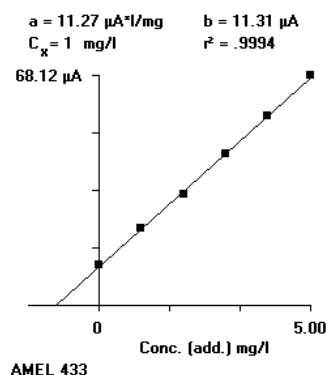


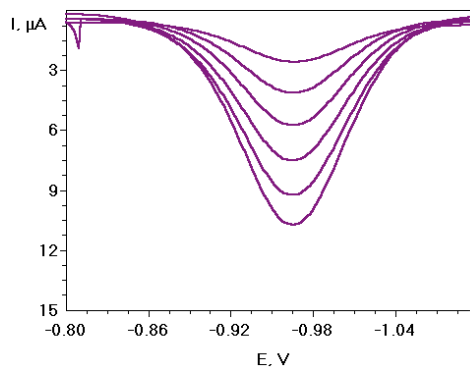
Tabella Altezze

| # | Pot. Picco | Altezza |
|---|------------|---------------------|
| 0 | -966 | 1.952 μA |
| 1 | -966 | 3.663 μA |
| 2 | -963.8 | 5.264 μA |
| 3 | -965.3 | 7.034 μA |
| 4 | -963.8 | 8.709 μA |
| 5 | -965.3 | 10.36 μA |

Dati Regressione

| # | Conc. Agg. | Altezza x diluizione |
|---|------------|----------------------|
| 0 | 0 mg/l | 11.86 μA |
| 1 | 1.00 " | 22.62 μA |
| 2 | 2.00 " | 33.04 μA |
| 3 | 3.00 " | 44.84 μA |
| 4 | 4.00 " | 56.39 μA |

$y = ax + b$
 $a = 11.27 \mu\text{A}^*/\text{mg}$
 $b = 11.31 \mu\text{A}$
 $r^2 = .9994$



5 5.00 " 68.12 μA

Analisi del Ferro

Analisi: Barbera

Concentrazione campione = 1.79 mg/l

Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

| | |
|-----------------|-----------|
| Volume Solvente | 0 (ml) |
| Volume Supporto | 5 (ml) |
| Volume Campione | 5 (ml) |
| Conc. Standard | 10 (mg/l) |

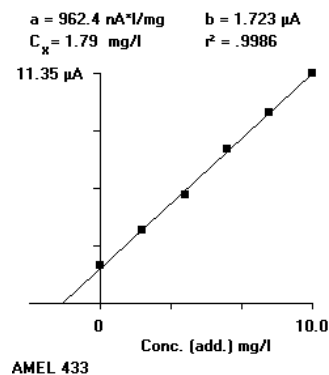
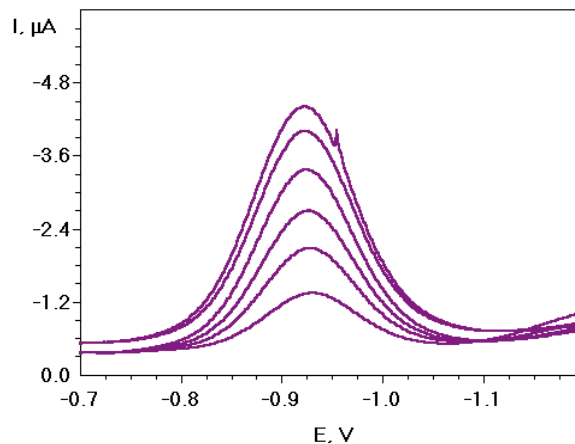


Tabella Altezze

| # | Pot. Picco | Altezza |
|---|------------|---------------------|
| 0 | -928.6 | 930.0 nA |
| 1 | -928.6 | 1.624 μA |
| 2 | -927.1 | 2.231 μA |
| 3 | -924.1 | 2.926 μA |
| 4 | -922 | 3.379 μA |
| 5 | -922.6 | 3.783 μA |

Dati Regressione

| # | Conc. Agg. | Altezza x diluizione | |
|---|------------|----------------------|------------------------------------|
| 0 | 0 mg/l | 1.860 μA | $y = ax + b$ |
| 1 | 2.00 " | 3.573 μA | $a = 962.4 \text{ nA}^*/\text{mg}$ |
| 2 | 4.00 " | 5.356 μA | $b = 1.723 \mu\text{A}$ |
| 3 | 6.00 " | 7.610 μA | $r^2 = .9986$ |
| 4 | 8.00 " | 9.462 μA | |
| 5 | 10.0 " | 11.35 μA | |



Analisi dell'Anidride Solforosa

Analisi: Barbera

Concentrazione campione = 164 mg/l

Metodo: 5 aggiunte

Tabella Volumi

| | |
|-----------------|------------|
| Volume Solvente | 2.6 (ml) |
| Volume Supporto | 10 (ml) |
| Volume Campione | 0.5 (ml) |
| Conc. Standard | 100 (mg/l) |

Tabella Altezze

| # | Pot. Picco | Altezza |
|---|------------|---------------------|
| 0 | -597 | 1.100 μA |
| 1 | -594 | 1.612 μA |
| 2 | -592.5 | 2.185 μA |
| 3 | -592.5 | 2.684 μA |
| 4 | -589.5 | 3.119 μA |
| 5 | -588.6 | 3.643 μA |

Dati Regressione

| # | Conc. Agg. | Altezza x diluizione |
|---|------------|----------------------|
| 0 | 0 mg/l | 28.83 μA |
| 1 | 100 " | 43.86 μA |
| 2 | 200 " | 61.62 μA |
| 3 | 300 " | 78.38 μA |
| 4 | 400 " | 94.22 μA |
| 5 | 500 " | 113.7 μA |

$$y = ax + b$$

$$a = 169.2 \text{ nA} \cdot \text{l/mg}$$

$$b = 27.81 \text{ } \mu\text{A}$$

$$r^2 = .9989$$

