



Ministerio de Economía
Secretaría de Desarrollo Regional
Instituto Nacional de Vitivinicultura

MENDOZA, 7 de noviembre de 1990

VISTO Y CONSIDERANDO que resulta prioritario tomar las medidas necesarias para facilitar las exportaciones de productos vitivinícolas.

Que los países importadores establecen exigencias analíticas que es necesario cumplir a efectos de satisfacer esas premisas.

Que la determinación de anhídrido sulfuroso adquiere relevancia en función de los límites que se establecen internacionalmente, por lo que diversos países requieren como metodología de análisis la que responde a la denominación de Monier Williams modificado.

Por ello, y en uso de las facultades conferidas por la Ley N° 14878 y el Decreto N° 302/89.

EL CONSEJO DIRECTIVO DEL
INSTITUTO NACIONAL DE VITIVINICULTURA

RESUELVE:

1°.- Autorízase a los laboratorios del Instituto Nacional de Vitivinicultura para determinar los tenores de anhídrido sulfuroso en mostos destinados a la exportación por el método Monier Williams modificado, cuya metodología forma parte de la presente Resolución. Los resultados se expresarán en p.p.m. (parte por millón).

2°.- Regístrese, comuníquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial para su publicación y cumplido, archívese.

RESOLUCION N° C-196

Ing. Carlos E. MENEM
Director Consejero

OSCAR...
DIRECTOR CONSEJERO

JUAN...
DIRECTOR CONSEJERO

RAMON ASTURO DIAZ
DIRECTOR CONSEJERO

EDUARDO...
PRESIDENTE

AMERICO JOSE ZINGARETTI
DIRECTOR GENERAL

ALBERTO...
DIRECTOR CONSEJERO

2595
for. 1199



ANHIDRIDO SULFUROSO TOTAL

METODO MONIER WILLIAMS MODIFICADO DE LA AOAC
(Association of Official Analytical Chemists)

METODO DE REFERENCIA:

FUNDAMENTO:

Se basa en la transferencia de SO_2 de una muestra, en ácido clorhídrico diluido hirviente, a una solución de agua oxigenada y su posterior dosaje con HONa .

MATERIAL:

- Equipo de vidrio para arrastre de Anhidrido sulfuroso, compuesto de:
- Balón de 1.000 ml con tres juntas cónicas 24/40 (C)
 - Refrigerante Allihn con una camisa de 300 mm de longitud (E)
 - Embudo separador de una capacidad de 100 ml o mayor (B)
 - Tubo para introducir el N_2 a 2,5 cm del fondo del balón (D)
 - Burbujeador (F)
 - Vaso para el H_2O_2 (de 2,5 cm de diámetro y 18 de longitud) (G)
 - El aparato debe montarse como se muestra en la figura; con lubricante (tipo untex) en las juntas, las cuales deberán estar clampeadas para asegurar un cierre hermético durante el análisis.
 - Trampa de O_2
 - Tubo de N_2
 - Regulador de caudal
 - Caudalímetro
 - Vaso de precipitación de 100 ml
 - Bureta recta de 25 ml incolora
 - Erlenmeyer de 250 ml

REACTIVOS:

- Solución de ácido clorhídrico 4 N
- Rojo de metilo 0,25 g % en etanol.

2585



Ministerio de Economía

Secretaría de Desarrollo Regional

Instituto Nacional de Vitivinicultura

- Solución de H_2O_2 3 % (preparar momentos antes de utilizar; para ello se agregan 3 gotas de rojo de metilo y neutralizar hasta color amarillo con $HONa$ N/100. No excederse del punto.
- Solución de $HONa$ 0,01 N.
- Nitrógeno de alta pureza. Se puede utilizar una trampa de oxígeno con pirogalol alcalino, que se prepara de la siguiente manera:
 - 1.- Agregar 4,5 g de pirogalol a la trampa.
 - 2.- Purgar la trampa de pirogalol durante 2 ó 3 minutos con N_2
 - 3.- Preparar una solución de HOK adicionando 65 g de HOK a 85 ml de agua destilada y agregarla a la trampa mientras se mantiene una atmósfera de nitrógeno.

TECNICA:

Ensamblar el aparato como se muestra en la figura. Agregar 400 ml de agua destilada al balón (C). Cerrar el robinete del embudo de separación (B), colocar 90 ml de ClH 4N al mismo. Comenzar el flujo de N_2 en un valor de 200 ± 10 c.c. por minuto. El flujo del líquido refrigerante se inicia simultaneamente.

Agregar al vaso (G) 30 ml de H_2O_2 al 3 % (previamente neutralizada); después de 15 minutos el aparato ha sido desoxigenado. El equipo está listo para la introducción de la muestra.

Retirar el embudo separador (B) y transferir alrededor de 50 g de muestra al balón (C) y reubicar nuevamente el embudo al mismo. Examinar que las juntas estén bien selladas.

Aplicar una presión sobre la solución de ClH que se encuentra en (B). Abrir simultaneamente el robinete de (B) para que fluya la solución al balón (C) Cerrar el robinete antes que los últimos mililitros drenen para evitar el escape del SO_2 hacia el embudo.



Ministerio de Economía
 Secretaría de Desarrollo Regional
 Instituto Nacional de Vitivinicultura

Encender el mechero con llama suave y luego aumentarla de manera que se pueda obtener un reflujo de la columna condensadora al balón, de 80 a 90 gotas por minuto (alrededor de 20 minutos). A partir de ese instante se contabiliza 1 hora 45 minutos de hervor.

Verificar constantemente las condiciones del caudal del gas (200 ± 10 cc por minuto); la temperatura del refrigerante a reflujo, el volumen del reflujo y el sellado de las uniones.

Transcurrido el tiempo, se saca el vaso con H_2O_2 (G) (que ha virado al color rojo por el SO_4H_2 formado).

Trasvasar cuantitativamente a un erlenmeyer y titular con HONa N/100 hasta viraje a color amarillo, que deberá persistir por lo menos 20 segundos.

CÁLCULO Y EXPRESIÓN DEL RESULTADO:

$$1 \text{ ml de HONa N/100} \text{ ----- } 0,3203 \text{ mg de SO}_2$$

$$\text{mg/kg de SO}_2 = n \times 0,3203 \times \frac{1000}{g}$$

donde n = gasto de HONa N/100

g = peso en gramo de la muestra adicionada.

NOTA:

La temperatura del agua del condensador debe estar alrededor de los 5°C si fuese superior se deben hacer ensayos en blanco para verificar que la condensación sea efectiva y no haya pasaje de ácidos que interfieran la determinación

Se puede aprovechar el N_2 para impulsar el CIH de (B); para ello se debe hacer una bifurcación previo al ingreso al tubo (D) y una vez descargado el CIH bloquear esa desviación con una pinza tipo Mohr para que no haya interferencia en flujo normal de N_2 .

100

Ing. Carlos E. MENEM
 Director Consejero

JUAN JOSÉ ESCOBAR
 Director General

AMILCAR JOSÉ FINGARETTI
 Director Consejero

OSCAR MARIANO
 Director Consejero

RAMÓN ARTURO DÍAZ
 Director Consejero

ALBERTO ANTONIO GOYENECHEA
 Director Consejero

