

**PONTOS CRÍTICOS NA EXECUÇÃO DO MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ VOLÁTIL POR TITULAÇÃO DOS ÁCIDOS VOLÁTEIS, DESTILADOS POR ARRASTAMENTO DE VAPOR, COM CORREÇÃO DO DIÓXIDO DE ENXOFRE**

(OIV-MA-AS313-02 s/DEDUÇÃO DOS ÁCIDOS SÓRBICO E SALICÍLICO)

<b>Equipamento</b>	↕	<b>DESTILADOR [3]</b>	
		<p>Existem várias causas:</p> <p>a) Água para geração do vapor não isenta de CO<sub>2</sub></p> <p>b) Recuperação deficiente do ácido acético (&lt; 99,5%)</p> <p>c) Arrastamento do ácido láctico</p>	
	<b>Atuação</b>	<p>a) Se a água utilizada para a geração do vapor contiver CO<sub>2</sub> este será arrastado para o destilado, como tem reação ácida, irá originar um resultado por excesso. Recomenda-se utilizar uma água Tipo II. Para controlar este ponto sensível realizar, com uma periodicidade definida, o seguinte teste descrito no método oficial. “Destilar 20 ml de água isenta de CO<sub>2</sub> por fervura <sup>(1)</sup>, recolher 250ml de destilado. Adicionar ao destilado 0,1 ml de solução de NaOH (0,1M) e duas gotas de solução de Fenolftaleína. A coloração rosa deve persistir durante pelo menos 10 segundos, indicando que o vapor de água está isento de CO<sub>2</sub>. “</p> <p><sup>(1)</sup> Recomenda-se ferver a água a utilizar durante pelo menos 20 minutos (Norma ASTM-200 de 2008) e deixar arrefecer completamente antes de utilizar.</p> <p>b) É o tempo necessário para produzir os 250 ml de destilado que condiciona a recuperação de pelo menos 99,5%. O equipamento é regulado pelo fabricante para cumprir esta condição, mas podem ocorrer variações com o desgaste do mesmo, pelo que deve ser periodicamente verificado. Para tal efetuar “Destilar 20 ml de uma solução de ácido acético 0,1M. Recolher 250 ml de destilado. Titular com uma solução 0,1M o seguinte teste descrito no método oficial: de NaOH (0,1M)”.</p> <p>c) É o tempo necessário para produzir os 250 ml de destilado que determina a capacidade da coluna retificador (coluna de Vigreux) de reter o ácido láctico, impedindo-o de ser recolhido no destilado. O equipamento é regulado pelo fabricante para cumprir esta condição, mas podem ocorrer variações com o desgaste do mesmo, pelo que deve ser periodicamente verificado. Para tal efetuar o seguinte teste descrito no método oficial: “Colocar no destilador 20 ml de uma solução de ácido láctico 1 M. Recolher 250 ml de destilado e titular com solução de NaOH (0,1M). O volume deve ser inferior ou igual a 1,0 ml.”</p>	
	<b>MATERIAL VOLUMÉTRICO - PIPETA E BURETA</b>		
↕	<p>Existem várias causas.</p> <p>a) Equipamento de medição inadequado quanto ao volume e/ou especificidade (tolerância)</p> <p>b) Equipamento de medição não íntegro</p> <p>c) Equipamento de medição sujo</p>		
	<b>Atuação</b>	<p>a) Utilizar material volumétrico preferencialmente Classe A (pipeta) e AS (bureta); Utilizar para a medição da amostra uma pipeta de 20 ml volumétrica. Utilizar uma bureta para medição da solução titulante com capacidade adequada ao volume a usar. Recomenda-se conhecer o comportamento da bureta, quanto ao erro de medição, em toda a sua escala. Ter em atenção que o material volumétrico não deve estar em utilização mais do que 5 anos.</p> <p>b) Efetuar periodicamente uma inspeção visual do equipamento no sentido de avaliar a sua integridade física e detetar alguma fragilidade e/ou possível quebra. Dar especial atenção à extremidade da pipeta.</p> <p>c) Lavar sempre a pipeta volumétrica, após utilização, com um detergente de lavagem específico para material de vidro. Periodicamente efetuar uma lavagem mais intensa à bureta para assegurar a inexistência de gordura o que compromete a correta leitura dos volumes. Podem ser utilizadas diferentes soluções de lavagem. A título indicativo refere-se uma solução a cerca de 280 g/l de hidróxido de sódio preparada em solução hidroalcoólica a cerca de 30 % (v/v). A frequência de limpeza bem como o tempo de contacto devem ser estabelecidos função da utilização do equipamento.</p>	

<b>Reagentes</b>	↕	<b>SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO [4.2]</b>		
		O título da solução de hidróxido de sódio condiciona diretamente o valor de Acidez Volátil.		
		Não conhecer este título com rigor leva a resultados falseados por defeito ou por excesso.		
	↕	<b>Atuação</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Controlar o título da solução através da utilização de um padrão primário; Recomenda-se recorrer à norma ASTM-200 de 2008;</li> <li>• Estabelecer uma validade para o título da solução;</li> <li>• Nos cálculos para a determinação da Acidez Volátil utilizar um fator de correção correspondente ao título da solução utilizada;</li> </ul>	
		<b>SOLUÇÃO DE IODO 0,005 M [4.5]</b>		
		O título da solução de Iodo condiciona diretamente o valor de Dióxido de Enxofre Livre e Total a dosear.		
	↕	Estabilidade da Solução.		
		Não conhecer este título com rigor leva a resultados falseados por defeito ou por excesso.		
		<b>Atuação</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Esta solução deve ser acondicionada ao abrigo da luz em frasco de vidro de cor âmbar ou em frasco de vidro incolor, coberto com papel de estanho;</li> <li>• Controlar o título da solução através da utilização de um padrão primário; recomenda-se recorrer à norma ASTM-200 de 2008;</li> <li>• Estabelecer uma validade para o título da solução;</li> <li>• Nos cálculos para a determinação da Acidez Volátil utilizar um fator de correção correspondente ao título da solução utilizada;</li> </ul>	
	⌚	<b>SOLUÇÃO DE AMIDO [4.7]</b>		
Preparar a solução exatamente como descrito. Estabilidade da solução ao longo do tempo.				
<b>Atuação</b>		<ul style="list-style-type: none"> <li>• O armazenamento prolongado pode alterar a solução tornando-a mais opaca, comprometendo a correta deteção do ponto de viragem da titulação. Para armazenamento prolongado manter a solução no frigorífico.</li> </ul>		

Modo Operatório	<b>PREPARAÇÃO DA AMOSTRA - DEGASEIFICAÇÃO [5.1]</b>	
	⚙	<i>Se a degaseificação da amostra for insuficiente o CO<sub>2</sub> remanescente será arrastado para o destilado e interfere no valor da Acidez Volátil da amostra, originando resultados por excesso, uma vez que tem carácter ácido.</i>
	⚙	<i>Se a degaseificação da amostra for insuficiente o CO<sub>2</sub> remanescente interfere na medição do volume.</i>
	⚙	<i>Se a degaseificação da amostra for excessiva poderá originar perda dos ácidos voláteis.</i>
	<b>Atuação</b>	<p><i>Ajustar o procedimento de degaseificação ao tipo de amostra. <b>A título indicativo:</b></i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>vinho espumante: 4 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 10 min.</i></li> <li>• <i>vinho frisante: 3 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 10 min.</i></li> <li>• <i>vinho: 1-2 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 5 min.</i></li> </ul>
	<b>DESTILAÇÃO POR ARRASTAMENTO PELO VAPOR DE ÁGUA [5.2]</b>	
	⚙	<p><i>a) Volume de destilado menor do que o devido.</i></p> <p><i>a1) Erro na medição do volume de destilado recolhido;</i></p> <p><i>a2) Não efetuar o aquecimento prévio do equipamento de destilação.</i></p> <p><i>b) Balão de destilação onde é introduzida a amostra não arrefecido.</i></p>
	<b>Atuação</b>	<p><i>a1) Respeitar os 250 ml recomendados. Recomenda-se utilizar uma matraz com marcação adequada. De notar que a recolha um volume de destilado de pelo menos 10 vezes o volume de amostra assegura a recolha de 99,9% do ácido acético.</i></p> <p><i>a2) O arrastamento de uma extração com uma vidraria fria provoca um refluxo importante de condensação na coluna, um aumento do volume residual no balão e conseqüentemente um volume de destilado menor do que o devido, para o tempo programado. Notar que, no caso da primeira utilização diária ou após um tempo de repouso que tenha permitido o arrefecimento da vidraria, torna-se necessário reaquecê-la colocando uma pequena quantidade de água no balão e efetuar uma destilação por um ou dois minutos;</i></p> <p><i>b) Garantir que o balão de destilação é arrefecido entre cada destilação.</i></p>
	<b>TITULAÇÃO [5.3]</b>	
	↕	<p><i>Existem várias causas:</i></p> <p><i>a) Agitação adequada da amostra</i></p> <p><i>b) Velocidade de adição do titulante</i></p> <p><i>c) Na dedução do dióxido de enxofre combinado, segunda titulação com a solução de iodo, a adição de um excesso de tetraborato de sódio;</i></p> <p><i>d) Excesso de titulante usado nas titulações;</i></p>
<b>Atuação</b>	<p><i>a) Recomenda-se a utilização de um sistema de agitação (manual ou automático) que assegure a correta homogeneização do conteúdo do vaso de titulação.</i></p> <p><i>b) A velocidade de adição de titulante é determinada pela destreza do operador.</i></p> <p><i>c) Adicionar a solução de tetraborato de sódio lentamente e ter em atenção que para determinadas amostras, o destilado não fica rosa, mas sim incolor. A adição de um excesso deste reagente compromete a retoma da coloração azul do ponto final da titulação.</i></p> <p><i>d) Um excesso de solução de hidróxido de sódio na primeira titulação, falseia o resultado e compromete o êxito das titulações seguintes. Uma quantidade excessiva da solução do iodo gasto na primeira titulação, para além de falsear o resultado pode impedir o aparecimento da coloração rosa, quando se adiciona a solução saturada de borato de sódio.</i></p>	