

PONTOS CRÍTICOS NA EXECUÇÃO DO MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DO TÍTULO ALCOOMÉTRICO VOLÚMICO ADQUIRIDO POR DENSIMETRIA ELETRÓNICA (OIV-MA-AS312-01A) E AREOMETRIA (OIV-MA-AS312-01B)

Preparação da amostra	DESGASEIFICAÇÃO [3.3]	
	Se a degaseificação da amostra for insuficiente o CO ₂ remanescente interfere na medição do volume da amostra e será arrastado para o destilado. Por outro lado, uma degaseificação excessiva poderá originar perda do teor de álcool.	
	Atuação	Ajustar o procedimento de degaseificação ao tipo de amostra. A título indicativo: <ul style="list-style-type: none"> • vinho espumante: 4 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 10 min. • vinho frisante: 3 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 10 min. • vinho: 1-2 minutos por vácuo; borbulhar gás inerte durante 5 min.
	MEDIÇÃO DO VOLUME DE AMOSTRA [3.4]	
	O volume inicial de amostra é inferior a 200 ml por erro de aferição do balão ou dificuldade de visualização do menisco (amostras opacas).	
O volume inicial de amostra é superior a 200 ml por erro de aferição do balão ou dificuldade de visualização do menisco (amostras opacas).		
	Atuação	Em amostras opacas utilizar material de vidro com marcação de cor azul.

Equipamento	DESTILADOR [3.1]	
	Existem várias causas relacionadas com: <ul style="list-style-type: none"> a) Fugas nas juntas ou vedantes do equipamento de destilação. b) Água no refrigerador a temperatura elevada. c) Balão de destilação onde é introduzida a amostra não arrefecido. d) Especificações inadequadas da água utilizada para geração de vapor. Compostos em solução na água podem alterar a composição do destilado e originar dificuldades na produção de vapor por insolubilização nas tubagens do destilador. 	
	Atuação	<ul style="list-style-type: none"> a) Verificar regularmente que o equipamento de destilação obedece às especificações (em 5 destilações sucessivas de uma solução hidroalcoólica a 10% vol. a perda global $\leq 0,1\%$ vol.). b) Recolher o destilado num balão imerso em água fria. c) Garantir que o balão de destilação é arrefecido entre cada destilação. d) Utilização de água desionizada.

Ficha técnica 1 - Título Alcoométrico Volúmico Adquirido

Destilação	⤵	BALÃO DE MEDIÇÃO INSUFICIENTEMENTE LAVADO [3.4]
		<i>O vinho não é transferido na totalidade para o balão de sendo destilado menor volume de amostra. Os resíduos de amostra remanescentes no balão contaminam o destilado com compostos de maior densidade.</i>
	Atuação	<i>Cumprir a indicação do método que estabelece 4 lavagens com 5 ml de água de cada vez, recolhidas para o balão de destilação.</i>
	⤵	AMOSTRA NÃO SUFICIENTEMENTE ALCALINIZADA [3.4]
		<i>A neutralização os ácidos voláteis (SO₂, ácido acético, etc) impede a sua destilação. A presença destes ácidos aumenta a densidade do destilado.</i>
	Atuação	<i>Cumprir a indicação do método que estabelece a alcalinização com 10 ml Ca(OH)₂ Em alguma bibliografia é referido que vinhos com elevados teores de acidez volátil ou SO₂ T poderão necessitar respetivamente de um volume superior de Ca(OH)₂ .ou adição de H₂O₂ (3 a 5 gotas) (1) (2)</i>
⤵	PONTEIRA DO TUBO DE RECOLHA DO DESTILADO NÃO IMERSA EM ÁGUA [3.4]	
	<i>Perdas por volatilização nas primeiras gotas de destilado nas quais o etanol está muito concentrado.</i>	
Atuação	<i>Cumprir a indicação do método que estabelece que a ponteira do tubo de recolha do destilado deve estar imersa em água.</i>	

Destilado	↕	VOLUME DA AMOSTRA DIFERENTE DO VOLUME DE DESTILADO APÓS AFERIÇÃO [3.4]
		<i>A temperatura inicial da amostra é diferente da temperatura do destilado, no momento da aferição e/ou incorreta aferição dos volumes de amostra e destilado. O volume de destilado após aferição com água deve ser exatamente igual ao volume inicial de amostra de forma a que proporção de álcool no destilado seja rigorosamente igual à da amostra.</i>
Atuação	<ul style="list-style-type: none"> • <i>Antes de perfazer o volume do destilado, homogeneizar cuidadosamente o destilado, através de movimentos circulares.</i> • <i>Perfazer o volume do destilado quando a diferença entre as temperaturas da amostra e do destilado cumprir a indicação do método (≤ 2 °C).</i> • <i>Assegurar que a temperatura da água utilizada para perfazer o volume do destilado é idêntica à do destilado.</i> • <i>Aferir rigorosamente o volume do destilado no traço de marcação do balão.</i> 	

Leitura por Densimetria Eletrónica	↕	EQUIPAMENTO DE MEDIÇÃO [1.5 A 1.6]	
		a) <i>Calibração desajustada</i> b) <i>Temperatura da célula desajustada</i>	
	Atuação	a) <i>Calibrar o equipamento. Cumprir as indicações do método quanto à qualidade da água e do Ar</i> b) <i>Controlar a temperatura da célula de medida por calibração ou indiretamente a partir da utilização de soluções de referência. Recomenda-se um controlo anual.</i>	
	LEITURA [1.8 E 1.10]		
	⊖	<i>Sujidade na célula de medida</i>	
	Atuação	<i>Lavar a célula de leitura e passar um solvente orgânico (p.ex. Acetona) que facilite a secagem da célula. Controlar a limpeza da célula entre amostras quando aplicável.</i>	
⊖	<i>Bolhas de ar na célula de medida.</i>		
Atuação	<i>Assegurar que não ocorre a formação de bolhas de ar durante o enchimento da célula com a amostra a analisar.</i>		

Leitura por Areometria	↕	EQUIPAMENTO DE MEDIÇÃO [4.1.1]	
		Existem várias causas: a) <i>Alcoómetro descalibrado e/ou com escala inadequada</i> b) <i>Termómetro descalibrado e/ou com escala inadequada</i> c) <i>Diâmetro interno da proveta desadequado</i> d) <i>Verticalidade da proveta</i>	
	Atuação	a) <i>e b) Cumprir as indicações do método quanto às especificações dos equipamentos a utilizar. Recomenda-se a utilização de alcoómetros e termómetros de preferência calibrados ou verificados.</i> b) <i>Cumprir as indicações do método quanto à dimensão da proveta. As dimensões estabelecidas asseguram que o volume de destilado é suficiente para a leitura e que o alcoómetro e o termómetro conseguem estar em simultâneo na proveta assegurando a termostatização de todo o sistema de medição à temperatura a que é efetuada a leitura.</i> <i>Salienta-se que o diâmetro interno da proveta deve ser sempre superior em pelo menos, 6 mm ao diâmetro da carena do alcoómetro.</i> c) <i>Colocar a proveta num plano horizontal e estável. O alcoómetro deve ficar no centro da proveta.</i>	
	⊖	<i>Areómetro sujo</i>	
	Atuação	<i>Os instrumentos de medição devem estar convenientemente limpos, desengordurados e secos. 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 imersão devem ser estabelecidos função da utilização do equipamento.</i> <i>Manipular o alcoómetro unicamente pela extremidade superior da haste, para não depositar gordura no corpo do alcoómetro.</i>	

Leitura por Areometria	⇕	LEITURA [4.1.2]	
		<p><i>Existem várias causas:</i></p> <ul style="list-style-type: none">a) <i>Heterogeneidade e instabilidade da temperatura</i>b) <i>Bolhas de ar nas paredes da proveta ou do alcoómetro</i>c) <i>Haste do alcoómetro molhada</i>d) <i>Leitura incorreta da escala</i>e) <i>Contaminação entre amostras</i>	
		Atuação	<ul style="list-style-type: none">a) <i>Garantir a homogeneidade e estabilidade da temperatura do sistema de medição (proveta , alcoómetro, termómetro e destilado). De preferência utilizar um banho termostaticado.</i>b) <i>Eliminar qualquer bolha de ar aderente às paredes da proveta ou do alcoómetro.</i>c) <i>Não molhar a haste do alcoómetro acima da leitura observada.</i>d) <i>A leitura deve ser feita na horizontal ao nível dos olhos e na base do menisco.</i>e) <i>Entre leituras consecutivas de amostras diferentes passar água destilada e secar bem o alcoómetro.</i>