Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 60 (1969)

Heft: 6

Artikel: Determinazione dei ciclamati nel vino per mezzo della spettrofotometria infrarossa

Autor: Coppini, D. / Albasini, A.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982499

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 14.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Determinazione dei ciclamati nel vino per mezzo della spettrofotometria infrarossa *

D. Coppini e *A. Albasini*

Istituto di Chimica Farmaceutica e Tossicologica dell' Università di Modena

In una precedente nota (1) abbiamo messo a punto un metodo di riconoscimento e dosaggio per via spettrofotometrica IR della saccarina e dei ciclamati nelle loro miscele: le dosi minime rilevabili quantitativamente sono state di 0,2 mg per la saccarina e di 1 mg per il ciclamato sodico.

Poichè i sali dell'acido ciclammico trovano impiego, benchè non autorizzato, quali edulcoranti del vino allo scopo di renderlo «amabile» senza incorrere nel pericolo di rifermentazione con conseguente intorbidamento, ci è sembrato interessante studiare la possibilità di estendere al vino stesso la metodica da noi elaborata, in particolare per la sua sensibilità.

Numerosi sono i lavori riportati in letteratura per il dosaggio dei ciclamati nelle bevande e negli alimenti, in particolare nelle bibite analcooliche e marmellate. Per il dosaggio nel vino abbiamo invece riscontrato solo una nota di *Giordano e Pennati* (2), che precipitano con bario cloruro lo ione SO_4^{--} liberatosi per trattamento di detti edulcoranti con acido nitroso. La quantità di ciclamato dosata dagli AA. è di 500 mg/litro (espresso in ciclamato sodico).

Il metodo da noi messo a punto consiste in breve nel portare il vino a completa secchezza per eliminare l'alcool etilico e gli altri componenti volatili, nel ridisciogliere il residuo in acqua, nel defecare con piombo acetato basico e spiombare con sodio solfato, e infine nel tratare la soluzione acquosa con acido cloridrico e sodio nitrito in presenza di etere di petrolio per la valutazione spettrofotometrica IR dell'estratto petroletereo, utilizzando la banda di assorbimento a 1650 cm^{-1}. Dai valori di assorbimento ottenuti si risale alla quantità di ciclamati, espressi come sale sodico, mediante curva di taratura tracciata operando secondo la metodica che verrà più avanti riportata.

Il metodo da noi elaborato si è dimostrato rapido, sensibile e di facile esecuzione e permette di valutare da 1,2 a 6,0 mg di ciclamati espressi come ciclamato sodico (150—750 mg/litro).

In ricerche preliminari con vini sicuramente esenti da ciclamati, concentrati ad $^1/_3$ del volume iniziale e defecati, avevamo peraltro constatato che il trattamento con acido nitroso dava luogo ad un estratto petroletereo che all'esame spettrofotometrico IR manifestava un picco intorno a 1660 cm^{-1}, che avrebbe potuto interferire con quello a 1650 cm^{-1}. Dalle prime indagini risultò che il picco non si manifestava se la reazione con acido nitroso veniva eseguita sull'estratto secco del vino, sciolto in acqua, anzichè sul vino concentrato. Inoltre, detto

* Ricerche eseguite con il contributo del CNR.

picco non appariva trattando il vino concentrato col solo acido cloridrico, ma occorreva anche la presenza del sodio nitrito.

Dalle suddette osservazioni risulta o a pertanto che la sostanza responsabile dell assorbimento attorno a 1660 cm^{-1} era volatile e dava tale assorbimento solo dopo aver reagito con acido nitroso.

Dato l'evidente interesse di stabilire a quale dei numerosi componenti volatili del vino o loro prodotti di trasformazione doveva attribuirsi il picco riscontrato, abbiamo ritenuto di approfondire maggiormente le indagini, rinviandole peraltro ad un successivo lavoro.

Per chiarire anche l'andamento della reazione tra ciclamati ed acido nitroso, in considerazione del fatto che è già stato messo in evidenza come essa porti alla formazione di piccole quantità di prodotti diversi dal cicloesene (3, 4), abbiamo controllato gascromatograficamente quali di questi composti si formavano nelle nostre condizioni sperimentali. Abbiamo così potuto dimostrare che, accanto al cicloesene, si forma anche l'estere nitroso del cicloesanolo accompagnato da piccole quantità di cicloesanolo non esterificato (Gascromatografo Perkin-Elmer mod 881, colonne di Apiezon L al 5 % su Chromosorb W 80—100, lunghezza 6 piedi; temperatura iniettore e colonna 100 ° C; detector ad ionizzazione di fiamma, temperatura 110 ° C; flusso del gas di trasporto (N_2) 30 ml/minuto; tempi di ritenzione: cicloesene 1′ 24″, estere nitroso del cicloesanolo 3′ 54″, cicloesanolo 4′ 25″).

Abbiamo quindi tracciato lo spettro IR dell'estratto petroletereo dell'estere nitroso del cicloesanolo e constatato che la banda corrispondente alla vibrazione di valenza-N=O è molto intensa e cade a 1650 cm^{-1}. Risulta pertanto che la banda a 1650 cm^{-1} ottenuta eseguendo la reazione con acido nitroso sui ciclamati è la risultante della somma delle bande o di assorbimento del cicloesene e dell estere nitroso del cicloesanolo. Il cicloesanolo non interferisce a detta lunghezza d'onda. L'attribuzione di tale banda alla somma dei due composti non influisce peraltro, nelle nostre condizioni di lavoro, sulla valutazione quantitativa dei ciclamati per via spettrofotometrica IR.

Parte Sperimentale

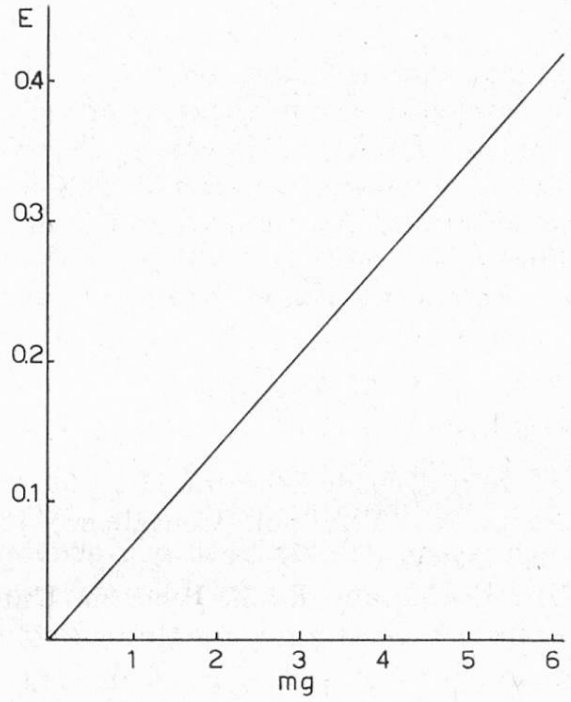
1. Curva di taratura

In capsula di nichel a fondo piano (ϕ cm 8) si versano ml 20 di vino contenenti da 3 a 15 mg di sodio ciclamato e si porta a secco su bagno maria. Il residuo viene ripreso con poca acqua e travasato in matraccio tarato da 25 ml, si lava ancora con acqua e successivamente di defeca aggiungendo dapprima ml 1,5 di soluzione di piombo acetato basico (d = 1,28) e, dopo 10 minuti, ml 1,5 di soluzione satura di sodio solfato; si lascia ancora in riposo per 10 minuti e si porta infine a volume con acqua. Si filtra e su 10 ml di liquido limpido portati in matraccio dal ml 25 si esegue la reazione con acido nitroso: si aggiungono pertanto ml 2 di acido cloridrico concentrato, ml 1, esattamente misurato, di

Tabella

Vino	mg dati	mg trovati	mg/l dati	mg/l trovati	Errore %
Lambrusco secco	1,60	1,57	200	196,25	— 1,87
	2,50	2,50	312,5	312,50	0,00
	2,80	2,75	350	343,75	— 1,78
	3,60	3,60	450	450,00	0,00
	5,00	5,00	625	625,00	0,00
Lambrusco amabile	1,60	1,60	200	200,00	0,00
	2,80	2,80	350	350,00	0,00
	3,60	3,55	450	443,75	— 1,38
	4,40	4,40	550	550,00	0,00
	5,20	5,05	650	631,25	— 2,88
Albana	1,20	1,20	150	150,00	0,00
	2,40	2,40	300	300,00	0,00
	3,20	3,17	400	396,25	— 0,93
	4,20	4,20	525	525,00	0,00
	4,80	4,75	600	593,75	— 1,04
Trebbiano	1,60	1,62	200	202,50	+ 1,25
	2,80	2,85	350	356,25	+ 1,78
	3,60	3,55	450	443,75	— 1,38
	4,40	4,45	550	556,25	+ 1,13
	5,20	5,20	650	650,00	0,00
Soave	2,00	2,00	250	250,00	0,00
	2,80	2,80	350	350,00	0,00
	3,60	3,65	450	456,25	+ 1,38
	4,80	4,75	600	593,75	— 1,04
	6,00	6,06	750	757,50	+ 1,00
Barbera	1,60	1,58	200	197,50	— 1,25
	2,40	2,45	300	306,25	+ 2,08
	3,20	3,30	400	412,50	+ 3,12
	3,60	3,60	450	450,00	0,00
	4,00	4,00	500	500,00	0,00
	4,80	4,75	600	593,75	— 1,04
Chianti	1,20	1,25	150	156,25	+ 4,16
	2,20	2,20	275	275,00	0,00
	2,80	2,80	350	350,00	0,00
	3,60	3,70	450	462,50	+ 2,77
	5,60	5,60	700	700,00	0,00
Bianchello del Metauro	1,20	1,25	150	156,25	+ 4,16
	2,00	2,05	250	256,25	+ 2,50
	2,80	2,85	350	356,25	+ 1,78
	3,60	3,70	450	462,50	+ 2,77
	4,60	4,60	575	575,00	0,00
	5,20	5,25	650	656,25	+ 0,96

etere di petrolio (p. e. 30—50 °) e ml 1 di soluzione di sodio nitrito 0,5 M. Si tappa, si agita per 3 minuti e quindi si porta a segno con acqua. Per mezzo di una siringa si preleva una porzione della soluzione petroleterea, la si introduce in una cella con finestre in CaF_2 (spessore 0,25 mm) e si registra la spettore IR tra 1800 e 1500 cm^{-1}, usando come riferimento una identica cella contenente etere di petrolio (spettrofotometro Perkin-Elmer mod. 257, velocità slow fenditura N). Si misura l'assorbimento a 1650 cm^{-1} e si traccia la curva di taratura riferita al sodio ciclamato (vedi figura). La legge di *Lambert-Beer* è rispettata per tutto il campo controllato, che in valore assoluto è compreso tra 1,2 e 6,0 mg.



2. *Determinazione del sodio ciclamato nel vino*

In capsula di nichel si portano a secco ml 20 di vino e si procede esattamente come detto per la preparazione della curva di taratura. Dai valori di assorbimento ottenuti si risale al valore assoluto di sodio ciclamato mediante la curva di taratura e da questo alla quantità in mg/litro moltiplicando per 125.

Nella tabella sono riportati i risultati ottenuti analizzando diversi campioni di vino, riscontrati esenti da ciclamati, ai quali è stato aggiunto sodio ciclamato in quantità comprese tra quelle riportate in curva di taratura.

Riassunto

E'stato messo a punto un metodo per riconoscere e dosare per via spettrofotometrica infrarossa i ciclamati nel vino, previa evaporazione a secco, defecazione della soluzione acquosa, reazione con acido nitroso ed estrazione dei prodotti della reazione con etere di petrolio.

Le dosi, rilevabili quantitativamente sono comprese tra 1,2 e 6,0 mg, corrispondenti a 150—750 mg/litro.

Zusammenfassung

Es wurde eine Methode ausgearbeitet, um mittels Infrarot-Spektrophotometrie im Wein vorhandene Cyclamate nachzuweisen und mengenmäßig zu bestimmen. Voraus geht Trockenevaporation, Klärung der wässerigen Lösung, Reaktion mit salpetriger Säure und Extraktion der Reaktionsprodukte mit Petroläther.

Die Mengen, die quantitativ bestimmt werden können, bewegen sich zwischen 1,2 und 6,0 mg, entsprechend 150—750 mg pro Liter.

Summary

A method allowing the detection and determination of cyclamates in wine by IR-spectrophotometry has been developed. The preparatory procedure consists of evaporating the sample to dryness, taking the residue up in water, clarifying the aqueous solution, reacting it with nitrous acid and extracting the reaction products with petroleum ether.

Quantities which can be determined run from 1,2 to 6,0 mg, corresponding to concentrations of 150 to 750 mg/liter.

Bibliografia

1. *Coppini D.* e *Albasini A.:* Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg., **59**, 239 (1968).
2. *Giordano M. T.* e *Pennati V.:* Riv. Vit. Enol. (Conegliano), **18**, 357 (1965).
3. *Rees D. I:* Analyst, **90**, 568 (1965).
4. *Woidich H., Gnauer H.* e *Galinovsky E.:* Z. Lebensm. Untersuch. Forsch., **139**, 142 (1969).

Determinazione di alcoli monovalenti inferiori mediante spettrofotometria infrarossa *

D. Coppini e *A. Albasini*

Istituto di Chimica Farmaceutica e Tossicologica dell'Università di Modena

Come abbiamo già riferito in una precedente nota (1), i sali dell'acido ciclo-esilsulfamico possono venire facilmente determinati, previa reazione con acido nitroso, utilizzando la spettrofotometria infrarossa, alla frequenza di 1650 cm^{-1}.

Nel corso di ricerche aventi lo scopo di applicare la tecnica citata al dosaggio dei ciclamati nel vino, constatammo che, se la reazione veniva effettuata su vini, contenenti o no ciclamati, ma evaporati a un terzo del volume iniziale

* Ricerche eseguite con il contributo del CNR.