



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00288

(22) Data de depozit: 25.04.2012

(41) Data publicării cererii:
30.10.2013 BOPI nr. 10/2013

(71) Solicitant:
• CROITORU CONSTANTIN,
ALEEA HERACLEEA NR. 1, BL. V1, SC. B,
AP. 25, CONSTANȚA, CT, RO

(72) Inventatori:
• CROITORU CONSTANTIN,
ALEEA HERACLEEA NR. 1, BL. V1, SC. B,
AP. 25, CONSTANȚA, CT, RO

(54) **PROCEDEU DE STABILIZARE A VINURILOR ROȘII FAȚĂ DE CASELE METALICE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de stabilizare a vinurilor roșii. Procedeu conform invenției constă din sulfatarea vinului până la un nivel de 40...50mg/l bioxid de sulf liber, după care se determină conținutul de fier, cupru și acid cianhidric, din care se stabilește doza de ferocianură de potasiu pentru demetalizare, care se aplică în picătură, sub omogenizare continuă, urmează

determinarea conținutului de fier total, cupru remanent și acid cianhidric total, limpezire și filtrare, din care rezultă un produs stabil, având un conținut de fier rezidual de 4...5mg/l și un conținut de cupru remanent de maximum 1 mg/l.

Revendicări: 3



14

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2012 00288
Data depozit 25-04-2012

DESCRIEREA INVENȚIEI

PROCEDEU DE STABILIZARE A VINURILOR ROȘII FAȚA DE CASSELE METALICE

Prezenta invenție, utilizabilă în industria vinicolă, se referă la un procedeu tehnologic de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice ce se bazează pe aplicarea tratamentului de demetalizare cu ferocianura de potasiu.

Stabilizarea vinurilor roșii față de casele metalice devine obligatorie atunci când acestea conțin cantități notabile de cation precum Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} s.a., care se găsesc, de obicei, sechestrați în combinații stabile cum ar fi feritartratul, feritanatul, dar mai puțin sau deloc sub forma ferimalatului întrucât vinurile roșii suferă fermentația malolactică care este indispensabilă în vederea asigurării stabilității lor biologice.

Vinurile roșii, având o intensitate colorantă pronunțată, crează numeroase dificultăți în aplicarea tratamentului de demetalizare cu ferocianura de potasiu deși, comparativ cu alte procedee, acesta s-a dovedit a fi cel mai avantajos. Dificultățile semnalate constau în imposibilitatea realizării unor faze importante ale procedurii cum ar fi dozarea separată a conținuturilor în Fe^{3+} și Fe^{2+} necesare la calculul dozei teoretice de ferocianura de potasiu, controlul excesului de ferocianură de potasiu și a conținutului în fier rezidual și cupru rezidual, cât și în examinarea vizuală corespunzătoare a nuanțelor din gama albastru-verde datorate formării ferocianurilor insolubile, precum ferocianura ferică sau albastru de Berlin, în urma reacțiilor ce au loc între ferocianura de potasiu și cationii de fier.

Scopul invenției este acela de a obține vinuri roșii cu stabilitate asigurată față de caselle metalice, printr-un conținut în fier rezidual de 4-5 mg/l și un conținut de cupru remanent sub 1 mg/l.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în elaborarea unui procedeu care să permită realizarea stabilității vinurilor roșii față de caselle metalice, conform scopului propus, prin demetalizarea lor cu ferocianura de potasiu, cu stabilirea unei metode originale de control a excesului de ferocianura de potasiu, care asigură un conținut în acid cianhidric situat cu mult sub limita de toxicitate.

Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de caselle metalice, conform invenției, înlătură dificultățile prezentate mai sus, cu ajutorul diagramelor ce transpun variația conținutului în fier total, în mg/l, funcție de dozele de ferocianură de potasiu administrate, pe o curbă în jurul căreia se poate localiza o „zonă periculoasă” în care coexistă ioni de fier și ioni ferocianogeni și asigură alegerea dozei optime de ferocianură de potasiu, în afara zonei „periculoasă” în care excesul de ferocianură de potasiu este semnalat prin creșterea ferului din cenușă odată cu creșterea dozei în funcție de prezența unui conținut de fier rezidual sub 4-5 mg/l, a unui conținut în cupru remanent dublu 1mg/l și a unui conținut în acid cianhidric total sub limitele admise determinat printr-o diferență de titrare cu $AgNO_3$ N/1000, raportat față de proba martor netratată cu ferocianura de potasiu, mai mică de 0,5 ml.

Procedeu de demetalizare cu ferocianură de potasiu a vinurilor roșii, conform invenției, cuprinde sulfitatea vinului până la un nivel de 40-50mg/l SO_2 liber, prelevarea de probe omogene în vederea constituirii probei medii de lucru, determinarea conținutului în fier total, cupru și acid cianhidric, stabilirea dozei teoretice de ferocianură de potasiu pe baza conținuturilor în fier total, fier rezidual stabilit inițial la 4-5 mg/l și a unui coeficient cunoscut determinat experimental,

efectuarea propriu-zisa a microprobelor de demetalizare prin tratarea a 6 probe de 50 ml vin cu doze crescînde de ferocianură de potasiu , superioare dozei teoretice, folosind o soluție etelon de ferocianură de potasiu 0,5%, urmată de cleirea și centrifugarea acestora conform metodologiei cunoscute, determinarea concentrațiilor în fer total din mineralizatele cenușilor supernatantelor microprobelor supuse demetalizării cleirii și centrifugării, întocmirea graficului ce redă variația conținutului în fer total al vinului din microprobele supuse demetalizării funcție de mărimea dozelor de ferocianură de potasiu aplicate, stabilirea pe grafic a zonei “periculoase” în care coexistă ioni de fer și ioni ferocianogeni, stabilirea dozei de tratament cu ferocianură de potasiu în afara zonei „periculoase”, pe baza corelației dintre creșterea conținutului în fer rezidual pe seama ferului prezent în excesul de ferocianură, verificarea corectitudinii dozei stabilite de ferocianură de potasiu în funcție de conținuturile în Fe, Cu, HCN total,determinate din microproba tratată ce se consideră a fi corespunzătoare aplicării procedurii la nivel industrial, cîntărirea, solubilizarea și administrarea în picătură a ferocianurii de potasiu sub permanentă omogenizare, controlul aplicării corecte a tratamentului prin determinarea conținuturilor în fer rezidual, cupru remanent și HCN total, limpezirea prin cleire mixtă cu gelatină în doză de 2g/hl și bentonită în doză de 100 g/hl., filtrarea prin cartoane indigene după sedimentarea suspensiilor și controlul operației de filtrare prin verificarea absenței suspensiilor de ferocianuri insolubile.

Procedeu elaborate, conform invenției, permite demetalizarea eficientă a tuturor vinurilor roșii indiferent de caracteristicile lor cromatice,adică pentru orice valoare a intensității lor colorante și pentru orice nuanță a culorii acestora.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției.

Lotul de vin roșu se pregătește în vederea stabilizării față de casele metalice, conform procedurii elaborate.Se sulfitează în prealabil pînă la un nivel de 40-50 mg/l SO₂ liber în scopul liberării ionilor de Fe³⁺ sechestrați în complecși prin reducerea lor la ioni Fe²⁺ ce pot reacționa rapid cu ferocianura de potasiu; se recomandă ca operațiunea de sulfitare să fie însoțită de menținerea vinului la adăpost de aer 2-3 săptămîni, timp în care potențialul său de oxidoreducere ajunge la valori favorabile reducerii ferului trivalent la fer bivalent. Se prelevează două probe, una de la partea superioară, iar cealaltă de la partea inferioară a recipientului; probele sînt valabile adică permit aplicarea corectă a tratamentului numai în cazul cînd ele dovedesc perfecta omogenitate a lotului de vin roșu din recipient, concretizată prin valori egale ale conținuturilor principalelor caracteristici fizico-chimice precum alcool, zaharuri și aciditate totală, dar și valori sensibil egale ale conținuturilor în ioni metalici precum fer total și cupru total dozate din mineralizatele cenușilor probelor respective conform STAS 6182/10-70 și STAS 6182/19-81;în acest caz din cele două probe se alcătuiește proba medie de lucru; în caz contrar se procedează la o omogenizare suplimentară.

La stabilirea dozei teoretice de ferocianură de potasiu, exprimată în g/hl,se ține cont de continutul în fer total dozat din cenușă, notat cu "X" și exprimat în mg/l din care se scade valoarea conținutului în fer rezidual ce va rămîne în vin după aplicarea tratamentului, care s-a stabilit a fi de 4 mg/l; diferența "X - 4" se înmulțește cu cifra 6 ce reprezintă un coeficient mediu, stabilit în urma efectuării a sute de experimentări, care este funcție de stările de oxidație ale ionilor de fer și de relația stoechiometrică obținută în urma reacției lor cu ferocianura de potasiu; se trece de la exprimarea în mg/l la exprimarea în g/hl prin împărțirea la 10 a produsului "(X - 4) x 6"; conținutul în cupru, care în cazul vinurilor este, în general, sub 2 mg/l, nu influențează sensibil mărimea dozei de K₄[Fe(CN)₆], ionii de Cu²⁺ fiind precipitați sub formă de sulfură în procesul vinificației. Așadar, relația ce exprimă doza teoretică de ferocianură de potasiu va fi:

$$\text{Grame ferocianură de potasiu / hectolitrul vin roșu} = [(X - 4) \times 6] / 10$$

Presupunând ca vinul roșu conține 19mg/l fer total și stabilind valoarea conținutului în fer rezidual la 4mg/l, valoarea dozei teoretice de ferocianură de potasiu va fi:

$$[(19 - 4) \times 6] / 10 = 9 \text{ g / hl}$$

Pornind de la aceasta valoare ce reprezintă doza teoretică se procedează la stabilizarea scării pentru demetalizare. Se lucrează pe 6 probe a câte 50 ml. din același vin roșu, întocmindu-se tabelul 1. Acest tabel cuprinde pe verticală 6 rubrici, notate I, II,..., IV, care respectă ordinea etapelor de lucru, după cum urmează:

Tabelul 1

I. Numărul probei	1	2	3	4	5	6
II. ml soluție etalon 0,5% K₄[Fe(CN)₆] adăugată în 50 ml. vin	0,9	1	1,1	1,2	1,3	1,5
III. g K₄[Fe(CN)₆] / hectolitri de vin	9	10	11	12	13	15
IV. mg Fe-l vin din cenușă	5,6	4	1,5	0	1,2	3,6
V. mg Cu/l vin din cenușă	0,8	0,7	0,6	0,6	0,6	0,5
VI. ml AgNO₃ N/1000	-	-	-	-	-	-

x) “-“ înseamnă ml AgNO₃ N/1000 < 0,5 ml

“+” înseamnă ml AgNO₃ N/1000 > 0,5 ml

Rubrica I, cuprinde numărul probelor care vor fi tratate cu doze crescânde de ferocianură de potasiu; în fiecare din cele 6 eprubete de centrifugare se introduc prin pipetare cite 50 ml. vin roșu din proba medie a lotului ce urmează a fi demetalizat.

Rubrica II, cuprinde cantitățile crescânde de soluție etalon 0,5% de ferocianură de potasiu, exprimate în ml. Ce se administrează în cele 6 eprubete ce conțin câte 50 ml. Vin roșu. La prepararea soluției etalon 0,5% de ferocianură de potasiu se va avea în vedere: utilizarea de ferocianură de potasiu din același lot care se va folosi la tratarea lotului de vin; cele 0,5 g de ferocianură de potasiu necesară se vor cântări la balanța analitică; apa utilizată la prepararea soluției etalon va fi apă bidistilată obținută în instalații confecționate din sticlă și nu în instalații din cupru sau alte aliaje.

Rubrica III, cuprinde exprimarea în g K₄ [Fe(CN)₆] /hl.vin, a cantităților de ferocianură de potasiu introduse sub formă de soluție etalon; prima valoare din rubrica III, adică 9 g/hl, este cea care reprezintă doza teoretică, calculată mai sus; după adăugarea soluției etalon 0,5 % de ferocianură de potasiu fiecare eprubetă se omogenizează și se lasă în repaos timp 30 de minute; se adaugă în fiecare eprubetă câte 0,5 ml. soluție gelatină 0,2 % se omogenizează și se lasă în repaos 15 minute în vederea floculării coloidului de ferocianură ferică; se introduce apoi în fiecare eprubetă cite 2-3 picături de bentogel 10% se omogenizează conținuturile și se lasă din nou în repaos cite 15 minute cu scopul de a facilita flocularea bentonitei cu excesul de gelatină; urmează centrifugarea fiecărei probe timp de 10 minute la o turație deoarece hârtia de filtru calitativă conține fier, iar cea cantitativă are caracter adsorbat, putând genera erori de analiză.

Rubrica IV, cuprinde valorile conținuturilor în fer total ale celor 6 probe de vin centrifugat, exprimat în mg/l, determinate din cenușile mineralizate obținute din tracțiunile limpezi rezultate în urma precipitării și separării ferocianurilor metalice insolubile, folosind metoda cu ortofenontrolina conform STAS 6182/10-70.

În cazul expus mai sus, concentrațiile în fer ale supernatantelor au scăzut de la 5,6 mg/l pînă la zero, pentru probele tratate cu 9 pînă la 12 g K₄[Fe(CN)₆]/hl vin, pentru ca apoi să crească de la 3,6 mg/l, când doza de ferocianură de potasiu a crescut de la 12 la 15 g/hl. Variația bruscă a conținutului în fer, indică apariția unei zone „periculoase”, în jurul dozei de 12 g/hl ferocianură

de potasiu, zonă în care trebuie determinat excesul de ferocianură de potasiu. Pragul de siguranță se păstrează la 4-5 mg/l fer rezidual, astfel încât pentru cazul de față, doza optimă se găsește între 9-10 g/hl ferocianură de potasiu, fără ca această valoare să fie definitivă.

Urmează controlul excesului de ferocianură de potasiu, care se înregistrează în rubrica VI, în rubrica V fiind trecute valorile conținuturilor în cupru total ale supernatantelor celor 6 probe determinate din mineralizatele cenușilor acestora conform STAS 6182/19-81. În momentul în care, într-una din probe, apare un exces de ferocianură de potasiu solubilă, acesta este evidențiat prin creșterea conținutului în fer în mineralizatul obținut din supernatantul probei cleite și centrifugate; o creștere relativ mică de 2 g/hl ferocianură de potasiu adăugată în exces vinului față de doza maximă admisă, determină numai pe seama ferului existent în molecula de ferocianură de potasiu, o creștere a conținutului în fer rezidual în proba respectivă de 2,8 mg/l, după cum rezultă și din tabelul 1, care este o valoare ce poate fi sesizată cu exactitate prin determinarea colorimetrică a ferului cu ortofenantrolină sau cu sulfocianură de potasiu, conform STAS 6182/10-70.

Stabilirea corectă a dozei de ferocianură de potasiu ține cont și de valoarea diferenței între conținutul în HCN total al probei demetalizate cu doza optimă aleasă de ferocianură de potasiu și conținutul în HCN total al probei martor, adică vinul respectiv netratat cu ferocianură dar cleit și centriugat în aceleași condiții.

Determinările privind conținutul în HCN se efectuează conform metodei A24c din „Recueil des methodes internationales d'analyse des vins”, iar rezultatele obținute se exprimă în ml AgNO_3 N/1000. diferența între valorile obținute pentru proba tratată și martor se notează cu Δ ml AgNO_3 N/1000; pentru doze de ferocianură de potasiu corespunzător alese, valoarea Δ ml AgNO_3 N/1000 trebuie să fie sub 0,5 ml, care înseamnă conținuturi în acid cianhidric absolut nepericuloase, cu mult sub limita de toxicitate; în alți termeni, proba de vin roșu tratată nu prezintă exces de ferocianură de potasiu când numărul de ml AgNO_3 N/1000 folosiți la titrarea HCN pe care îl conține, nu depășește 0,5 ml față de numărul de ml. AgNO_3 N/1000 folosiți la titrarea HCN existent în proba martor, după cum se observă și din graficul prezentat în figura 1.

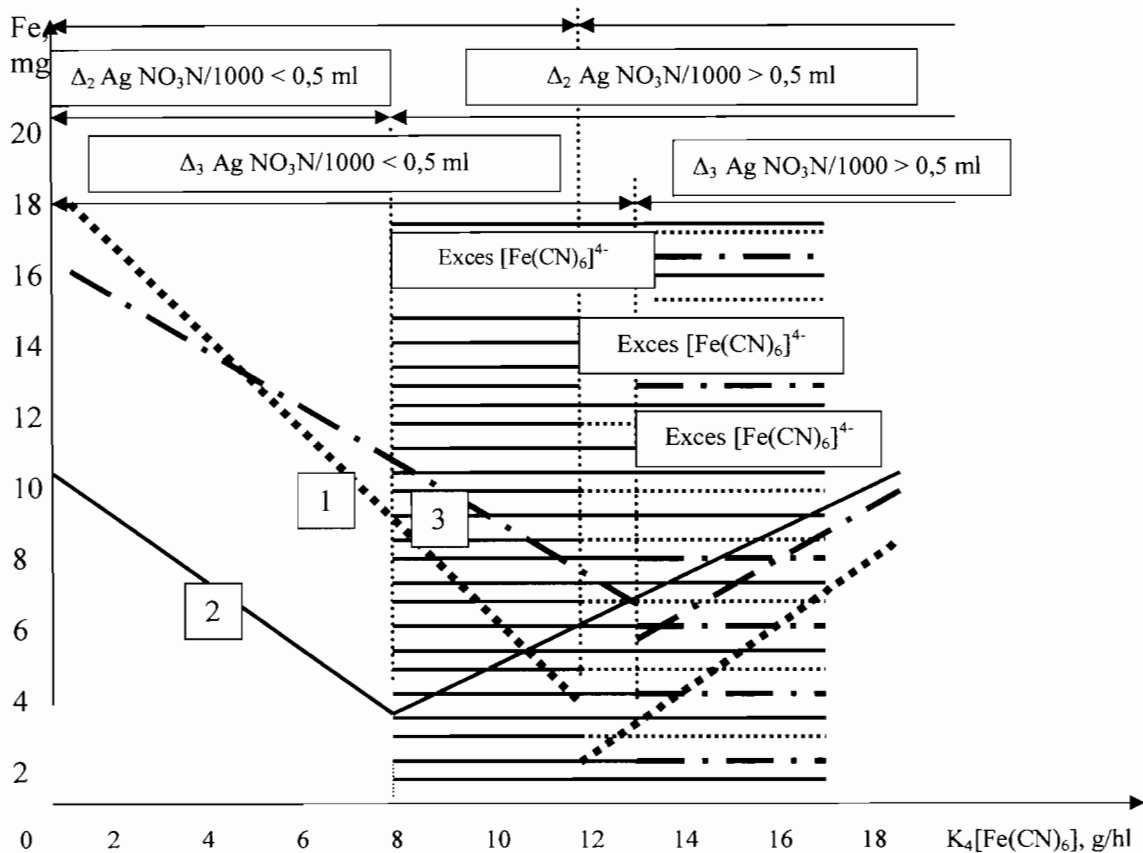


Fig. 1 – Variația concentrației de fier în vinurile roșii demetalizate cu doze crescătoare de $K_4[Fe(CN)_6]$

Aspectul curbei (1) din figura 1 corespunde vinurilor roșii în care fierul nu este complexat, la care creșterea dozei de ferocianură de potasiu de la 9-10 g/hl la 12 g/hl poate elimina fierul în totalitate.

Schimbarea pantei curbei cu apariția punctului de inflexiune se datorează creșterii conținutului în fier rezidual odată cu apariția excesului de ferocianură de potasiu; această creștere provine din fierul existent în molecula de ferocianură de potasiu care nu a mai participat la precipitarea de ioni metalici precum Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} ș.a., iar conținutul său se determină tot din cenușa supernatantului probei respective.

În cazul altor vinuri roșii, demetalizate cu ferocianură de potasiu după același procedeu, în care o parte din conținut inițial în fier este mascat sub formă de complecși cu stabilitate mai mare decât cea a complecșilor ferocianurilor metalelor ce urmează a fi eliminate, alura curbelor care stabilesc zonele „periculoase” ale excesului de ferocianură de potasiu, va avea forma curbelor (2) și (3) din figura 1.

Prin aplicarea procedeuului elaborat nu se poate elimina în totalitate cuprul din vinurile roșii; experimente la nivel industrial au demonstrat că valoarea conținutului său poate fi micșorată până la un nivel aproximativ 0,3 mg/l.

Referitor la aplicarea procedeuului elaborat la nivel industrial, pe lângă operațiunile preliminare de pregătire a vinului menționate mai sus, se repetă succesiunea cunoscută de operațiuni tehnologice și de control ce sunt specifice demetalizării vinurilor cu ferocianură de potasiu: cântărirea,

solubilizarea și administrarea în picături a ferocianurii de potasiu sub permanentă omogenizare; controlul aplicării corecte a tratamentului prin determinarea conținuturilor în fer rezidual, cupru remanent și HCN total; prin cartoane indigene după sedimentarea suspensiilor; controlul operației de filtrare prin verificarea absenței suspensiilor de ferocianură insolubile.

Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- Stabilește cu ușurință și exactitate excesul de ferocianură de potasiu;
- Permite realizarea unei stabilități metalice garantate și asigură lipsa toxicității prin controlul deplin asupra unui eventual conținut în HCN total peste limitele admise;
- Asigura o ameliorare a însușirilor gustative, astfel încât vinurile roșii respective devin mai fine, mai suuple, mai catifelate decât vinurile inițiale cu conținut ridicat în ioni metalici;
- Nu necesită investiții suplimentare sau mijloace financiare deosebite în vederea aplicării sale la nivel industrial.

Revendicări

1. Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice caracterizat prin aceea că este alcătuit dintr-o succesiune de operațiuni ce cuprinde sulfizarea vinului până la un nivel de 40 – 50 mg/l SO₂ liber, prelevarea de probe omogene în vederea constituirii probei medii de lucru, determinarea conținuturilor în fer total, cupru și acid cianhidric, stabilirea dozei teoretice de ferocianură de potasiu pe baza conținuturilor în fer total, fer rezidual stabilit inițial la 4-5 mg/l și a unui coeficient cunoscut determinat experimental, efectuarea propriu-zisă a microprobelor de demetalizare prin tratarea a 6 probe de 50 ml. vin cu doze crescânde cu 1 g/hl de ferocianură de potasiu superoare dozei teoretice folosind o soluție etalon 0,5% ferocianură de potasiu, cleirea și centrifugarea microprobelor tratate conform metodologiei cunoscute, determinarea concentrațiilor în fier total din mineralizatele cenușilor supernatantelor microprobelor cleite și centrifugate, întocmirea graficului ce redă variația conținutului în fer total al vinului din microprobele supuse demetalizării în funcție de mărimea dozelor de ferocianură de potasiu, stabilirea pe grafic a zonei „periculoasă” în care coexistă ioni de fer și ioni ferocianogeni, stabilirea dozei de tratament cu ferocianură de potasiu în afara zonei „periculoasă” pe baza corelației dintre creșterea conținutului în fer rezidual pe seama fierului prezent în excesul de ferocianură de potasiu, verificarea corectitudinii stabilirii dozei de ferocianură de potasiu în funcție de conținuturile în Fe, Cu, HCN total determinate din proba de vin tratată ce se consideră a fi corespunzătoare aplicării lotului de vin, cântărirea, solubilizarea și administrarea în picătură sub permanentă omogenizare a ferocianurii de potasiu, controlul aplicării corecte a tratamentului prin determinarea conținuturilor în fer rezidual, cupru remanent și HCN total, limpezirea prin cleire mixtă cu gelatină în doză de 2 g/hl și bentonită în doză de 100 g/hl, filtrarea prin cartoane indigene după sedimentarea suspensiilor și controlul operației de filtrare prin verificarea absenței suspensiilor de ferocianuri solubile.

2. Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** permit localizarea unei zone „periculoase” în care coexistă ioni de fer și ioni ferocianogeni în jurul unei curbe ce reprezintă variația conținutului în fer total, în mg/l, funcție de dozele de ferocianură de potasiu administrate, în g/hl, și asigură alegerea dozei optime de ferocianură de potasiu în afara zonei „periculoase” în care, excesul de ferocianură de potasiu este semnalat prin creșterea fierului din cenușă odată cu creșterea dozei și ținând cont de limitele ce admit un conținut în fer rezidual sub 4-5 mg/l, un conținut în cupru remanent sub 1 mg/l și un conținut în HCN total ce corespunde unei diferențe de titrare a acestuia cu AgNO₃ N/1000,

solubilizarea și administrarea în picături a ferocianurii de potasiu sub permanentă omogenizare; controlul aplicării corecte a tratamentului prin determinarea conținuturilor în fer rezidual, cupru remanent și HCN total; prin cartoane indigene după sedimentarea suspensiilor; controlul operației de filtrare prin verificarea absenței suspensiilor de ferocianură insolubile.

Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- Stabilește cu ușurință și exactitate excesul de ferocianură de potasiu;
- Permite realizarea unei stabilități metalice garantate și asigură lipsa toxicității prin controlul deplin asupra unui eventual conținut în HCN total peste limitele admise;
- Asigura o ameliorare a însușirilor gustative, astfel încât vinurile roșii respective devin mai fine, mai supte, mai catifelate decât vinurile inițiale cu conținut ridicat în ioni metalici;
- Nu necesită investiții suplimentare sau mijloace financiare deosebite în vederea aplicării sale la nivel industrial.

Revendicări

1. Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice caracterizat prin aceea că este alcătuit dintr-o succesiune de operațiuni ce cuprinde sulfitearea vinului până la un nivel de 40 – 50 mg/l SO₂ liber, prelevarea de probe omogene în vederea constituirii probei medii de lucru, determinarea conținuturilor în fer total, cupru și acid cianhidric, stabilirea dozei teoretice de ferocianură de potasiu pe baza conținuturilor în fer total, fer rezidual stabilit inițial la 4-5 mg/l și a unui coeficient cunoscut determinat experimental, efectuarea propriu-zisă a microprobelor de demetalizare prin tratarea a 6 probe de 50 ml. vin cu doze crescând cu 1 g/hl de ferocianură de potasiu superoare dozei teoretice folosind o soluție etalon 0,5% ferocianură de potasiu, cleirea și centrifugarea microprobelor tratate conform metodologiei cunoscute, determinarea concentrațiilor în fier total din mineralizatele cenușilor supernatantelor microprobelor cleite și centrifugate, întocmirea graficului ce redă variația conținutului în fer total al vinului din microprobele supuse demetalizării în funcție de mărimea dozelor de ferocianură de potasiu, stabilirea pe grafic a zonei „periculoasă” în care coexistă ioni de fer și ioni ferocianogeni, stabilirea dozei de tratament cu ferocianură de potasiu în afara zonei „periculoasă” pe baza corelației dintre creșterea conținutului în fer rezidual pe seama ferului prezent în excesul de ferocianură de potasiu, verificarea corectitudinii stabilirii dozei de ferocianură de potasiu în funcție de conținuturile în Fe, Cu, HCN total determinate din proba de vin tratată ce se consideră a fi corespunzătoare aplicării lotului de vin, cântărirea, solubilizarea și administrarea în picături sub permanentă omogenizare a ferocianurii de potasiu, controlul aplicării corecte a tratamentului prin determinarea conținuturilor în fer rezidual, cupru remanent și HCN total, limpezirea prin cleire mixtă cu gelatină în doză de 2 g/hl și bentonită în doză de 100 g/hl, filtrarea prin cartoane indigene după sedimentarea suspensiilor și controlul operației de filtrare prin verificarea absenței suspensiilor de ferocianuri solubile.

2. Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de casele metalice, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** permit localizarea unei zone „periculoase” în care coexistă ioni de fer și ioni ferocianogeni în jurul unei curbe ce reprezintă variația conținutului în fer total, în mg/l, funcție de dozele de ferocianură de potasiu administrate, în g/hl, și asigură alegerea dozei optime de ferocianură de potasiu în afara zonei „periculoase” în care, excesul de ferocianură de potasiu este semnalat prin creșterea ferului din cenușă odată cu creșterea dozei și ținând cont de limitele ce admit un conținut în fer rezidual sub 4-5 mg/l, un conținut în cupru remanent sub 1 mg/l și un conținut în HCN total ce corespunde unei diferențe de titrare a acestuia cu AgNO₃ N/1000,

raportat față de titrarea HCN din proba martor netratată cu ferocianură de potasiu, mai mică de 0,5 ml.

3. Procedeu de stabilizare a vinurilor roșii față de cassele metalice, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** permit demetalizarea eficientă a tuturor vinurilor roșii, indiferent de caracteristicile lor cromatice, adică pentru orice valoare a intensității lor colorante și pentru orice nuanță a culorii acestora.