

ΣΤΟ ΟΙΝΟΛΟΓΙΚΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ

Είναι ο χώρος όπου γίνονται οι οινολογικές αναλύσεις των γλευκών και των οίνων.

Πρέπει να διαθέτει κατάλληλους πάγκο – νεροχύτη-κατάλληλο φωτισμό- απαγωγό-καλό αερισμό.

Για τις κλασσικές οινολογικές αναλύσεις χρειάζονται κατάλληλα όργανα και αντιδραστήρια.

Συνοπτικά θα περιγράψουμε τα στοιχειώδη όργανα που πρέπει να έχει στη διάθεση του ο οινολόγος έτσι ώστε να κάνει τις απαραίτητες οινολογικές ρυθμίσεις και επεμβάσεις:

ΓΥΑΛΙΝΟ ΥΛΙΚΟ

- 1)Ογκομετρικούς κυλίνδρους (αριθμημένους): 50, 100, 200, 250 ml
- 2) Ογκομετρικούς κυλίνδρους κατάλληλους για τα αλκοολόμετρα 0 – 10 και 10 – 20 %vol
- 3)Ογκομετρικές φιάλες 50, 100, 200, 250 ,500, 1000 ml
- 4) Σιφώνια αριθμημένα 5, 10, 25, 50 ml
- 5)Σιφώνια ενός όγκου 5 10 20 50 ml
- 6)Ποτήρια βρασμού(pyrex) 200 500 1000 ml
- 7)Γυάλινες ράβδους ανάδευσης.
- 8)Κωνικές φιάλες(pyrex) 200 500 ml
- 9)Προχοίδες 25 50 ml (για οξύτητα και θειώδες)
- 10)Πλαστικούς υδροβολείς
- 11) Αποστακτική συσκευή η οποία αποτελείται από: σφαιρική φιάλη 500ml με κατάλληλο εσμύρισμα, γυάλινη γωνιά σύνδεσης με τον ψυκτήρα, γυάλινο ψυκτήρα, γυάλινο ρύγχος.
- 12)Συσκευή για την πτητική οξύτητα.(βλ. άσκηση πτητικής οξύτητας)
- 13)Δοκιμαστικοί σωλήνες – στατώ

Κατάλληλος όγκος οίνου για απόσταξη με τη πάρα πάνω συσκευή: 100 ml.

ΟΡΓΑΝΑ

1)Αραιόμετρο 0,950 – 1000 g/ml, για ξηρούς οίνους

2)Αραιόμετρο 1,000 – 1,050 ,1,050 – 1,100, 1,100 – 1,150 g/ml

3)Αραιόμετρο baume 0 – 10 και 10 – 20

4)Αλκοολόμετρο 0 – 10 και 10 – 20 %vol (προσαρμοσμένα στον όγκο αποστάγματος και στον ογκομετρικό κύλινδρο).

5)ρημετρο

6)Θερμαντική πλάκα με μαγνητική ανάδευση.

7)Αναλυτικό ζυγό ή φαρμακευτικό ζυγό

8)Φασματοφωτόμετρο UV- VIS

ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ ΚΑΙ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ

Τα απαραίτητα αντιδραστήρια που χρειάζονται για τις χημικές αντιδράσεις πρέπει να παρασκευάζονται λίγο πριν τη χρήση τους και κατά τακτά χρονικά διαστήματα να ελέγχεται ο τίτλος τους, έτσι ώστε να είναι αξιόπιστα.

Πολλά από αυτά υπάρχουν στο εμπόριο χημικών σε συσκευασία αμπούλας, στην οποία αναγράφεται η κανονικότητα ή η μοριακότητα του διαλύματος που ο οινολόγος πρέπει να παρασκευάσει όταν αραιώσει το περιεχόμενο της αμπούλας σε συγκεκριμένο όγκο(πχ 1000 ml) συνήθως με χρήση απιονισμένου νερού.

Τέτοια διαλύματα είναι συνήθως: διάλυμα NaOH 1M ή 0,1M, διάλυμα H₂SO₄ 0.1N , διάλυμα I₂ 0,05M, διάλυμα Na₂S₂O₃ 0.1N.

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΔΙΑΛΥΜΑΤΩΝ ΓΙΑ ΧΡΗΣΗ ΟΙΝΟΛΟΓΙΚΗ

ΓΙΑ ΤΟΝ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΗΣ ΟΞΥΤΗΤΑΣ

ΠΡΟΤΥΠΟ ΔΙΑΛΥΜΑ ΥΔΡΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΝΑΤΡΙΟΥ (NaOH)

Προετοιμασία μητρικού διαλύματος (Stock solution 1 + 1):

Σε ογκομετρική φιάλη 1LT αναμειγνύουμε προσεκτικά ένα μέρος χημικώς καθαρό NaOH και ένα μέρος αποσταγμένο νερό(προσθέτουμε το NaOH στο νερό).Η αντίδραση είναι εξώθερμη – αφήνουμε το διάλυμα να ψυχθεί αργά και το μεταφέρουμε σε πλαστική φιάλη (πολυαιθυλενίου).Μετά από μερικές ημέρες παρατηρούμε να έχει σχηματιστεί ίζημα ανθρακικού νατρίου(Na₂CO₃).

Το πάρα πάνω διάλυμα διηθείται και είναι έτοιμο για τη παρασκευή των επιθυμητών προτύπων διαλυτών όπως αναφέρονται στο πίνακα:

ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ ΔΙΑΛ. NaOH	ml διαλ. (1 + 1) για τη Παρασκευή 1 LT
0.01	0.54
0.02	1.08
0.10	5.40
0.50	27.00
1.00	54.00

Το μητρικό διάλυμα πρέπει να ελέγχεται περιοδικά όσον αφορά τη μεταβολή του αρχικού του τίτλου, λόγω σχηματισμού άλατος Na₂CO₃. Για τον λόγο αυτό χρειαζόμαστε ένα πρότυπο όξινο διάλυμα για τη τιτλοδότηση. Ένα τέτοιο όξινο διάλυμα μπορεί να είναι το όξινο φθαλικό κάλιο (KHP) το οποίο μπορεί να βρίσκεται σαν διάλυμα ή σαν στερεή μορφή χημικά καθαρή. Σε κάθε περίπτωση μία ποσότητα του διαλύματος αυτού τιτλοδοτείται με το διάλυμα βάσης (χρήση δείκτη φαινολοφθαλείνης) και προσδιορίζεται η κανονικότητά του:

$$\text{ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ NaOH} = \frac{(\text{ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ KHP})(\text{ΟΓΚΟΣ KHP που χρησιμοποιήθηκε})}{(\text{ΟΓΚΟΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ NaOH})}$$

Στη περίπτωση χρήσης στερεού KHP:

$$\text{ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ NaOH} = \frac{(\text{gr KHP που χρησιμοποιήθηκαν})(1000)}{(\text{ΟΓΚΟΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ NaOH})(204,229)}$$

Εναλλακτική λύση είναι η τιτλοδότηση του διαλύματος της βάσης με πρότυπο (από αμπούλα παρασκευασμένο) διάλυμα ανόρανου οξέος (συνήθως H₂SO₄ 0.1N ή HCL 0.1N) με χρήση δείκτη φαινολοφθαλείνης.

$$\text{ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ NaOH} = \frac{(\text{ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ H}_2\text{SO}_4)(\text{ΟΓΚΟΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ H}_2\text{SO}_4)}{(\text{ΟΓΚΟΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ NaOH})}$$

ΠΡΟΤΥΠΟ ΔΙΑΛΥΜΑ HCL

Η περιεκτικότητα του πυκνού διαλύματος HCL κυμαίνεται μεταξύ 35 και 37%.

Για την προετοιμασία προτύπων διαλυμάτων από το μητρικό απαιτούνται κατάλληλες αραιώσεις όπως φαίνονται στο πάρα κάτω πίνακα:

Επιθυμητή Κανονικότητα διαλύματος	ml πυκνού HCL/1000 ml
0,01	0,89
0,02	1,78
0,10	8,90
0,50	44,50
1,00	89,00
2,00	178,00

Ταυτοποίηση:

Χρησιμοποιούμε άνυδρο ανθρακικό νάτριο (Na_2CO_3) για τη ταυτοποίηση του τίτλου των διαλυμάτων HCL: Διαλύουμε από 1 έως 3 gr άνυδρου Na_2CO_3 (με ακρίβεια 4^{ου} δεκαδικού ζύγισης) σε 40 ml απ. νερό. Τιτλοδοτούμε το διάλυμα αυτό με το διάλυμα του HCL, χρησιμοποιώντας 4 σταγόνες δείκτη πορτοκαλί του μεθυλίου, μέχρι να αλλάξει ελαφρά ο χρωματισμός του διαλύματος. Μεταφέρουμε το διάλυμα σε ποτήρι βρασμού και βράζουμε το διάλυμα ακριβώς για 2 min. Ψύχουμε και τιτλοδοτούμε μέχρι το χρώμα να ταυτιστεί με το διάλυμα μάρτυρα

Για το διάλυμα μάρτυρα χρησιμοποιούμε 80 ml αποσταγμένο νερό και 4 σταγόνες δείκτη πορτοκαλί του μεθυλίου.

Η κανονικότητα του διαλύματος HCL υπολογίζεται από τον τύπο:

$$N \text{ HCL} = \frac{(g \text{ Na}_2\text{CO}_3) (1000)}{(ml \text{ HCL}) (52.994)}$$

ΠΡΟΤΥΠΟ ΔΙΑΛΥΜΑ ΘΕΙΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (H₂SO₄)

Για την προετοιμασία προτύπων διαλυμάτων από το μητρικό απαιτούνται κατάλληλες αραιώσεις όπως φαίνονται στο πάρα κάτω πίνακα:

Επιθυμητή Κανονικότητα διαλύματος	ml πυκνού H ₂ SO ₄ /1000 ml
0,01	0,28
0,02	0,57
0,10	2,84
0,50	14,18
1,00	28,35

Ταυτοποίηση:

Ζυγίζουμε με ακρίβεια 4ου δεκαδικού, από 3 έως 5 gr βορικού νατρίου (Na₂B₄O₇ · 10 H₂O) σε 40 ml αποσταγμένο νερό. Περιμένουμε να διαυγάσει το διάλυμα και προσθέτουμε 5 σταγόνες δείκτη ερυθρό του μεθυλίου και τιτλοδοτούμε το διάλυμα θειικού οξέος μέχρι το σημείο εξουδετέρωσης.

Η κανονικότητα του διαλύματος H₂SO₄ υπολογίζεται από τον τύπο:

$$N \text{ H}_2\text{SO}_4 = \frac{(g \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}) (1000)}{(ml \text{ H}_2\text{SO}_4)(160,69)}$$

ΣΗΜΕΙΩΣΗ

Τα πρότυπα διαλύματα των οξέων μπορεί να τιτλοδοτηθούν με πρότυπα διαλύματα βάσεων γνωστής κανονικότητας: Με σιφώνιο ενός όγκου μεταφέρουμε σε κωνική φιάλη γνωστή ποσότητα από το κανονικό διάλυμα NaOH. Προσθέτουμε μερικές σταγόνες δείκτη φαινολοφθαλείνης και τιτλοδοτούμε με το διάλυμα οξέος.

Η κανονικότητα του διαλύματος οξέος υπολογίζεται από τον τύπο:

$$N \text{ ΟΞΕΟΣ} = \frac{(VOH) (NOH)}{(VOΞΕΟΣ)}$$

ΠΑΡΑΣΚΕΥΕΣ ΜΗΤΡΙΚΩΝ ΚΑΝΟΝΙΚΩΝ ΔΙΑΛΥΜΑΤΩΝ

0,1 N διχρωμικό κάλιο	4,903 g στερεό + απ.νερό αραιώση σε 1 lt
0.1 N θειικό οξύ	27 ml πυκνό S + απ. νερό αραιώση σε 1 lt
0.1 N θειοθειικό νάτριο	24,82 g ×5 O + απ. νερό αραιώση σε 1 lt
0.1 N ιώδιο	12,82 g + 18g KI + απ. νερό αραιώση σε 1 lt
0.1 N NaOH	4.0 g NaOH + απ. νερό αραιώση σε 1 lt
0.1 N KOH	5.6 g KOH + απ. νερό αραιώση σε 1 lt
0.1 N HCl	8.6 ml π. HCl + απ. νερό αραιώση σε 1 lt

ΣΥΣΤΑΣΗ ΟΡΙΣΜΕΝΩΝ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΩΝ

ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΟ	ΜΕΡΗ ΟΓΚΟΥ	%W/W		ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ	ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑ
Ανθρακικό νάτριο δ. 10% N δ. 5,0%	—	10,0	112	1,108	2,1
	—	5,0	53	1,052	1,0
Θειικό οξύ Πυκνό (96%) Διάλυμα 30% Διάλυμα 10% N (4,7 %)	—	96,0	1767	1,84	36,0
	1+4	30,0	366	1,223	7,5
	1+16	10,0	107	1,069	2,2
	1+35	4,7	49	1,032	1,0
Υδροχλωρικό οξύ πυκνό 37% Διάλυμα 25% Διάλυμα 20% Διάλυμα 10% N (3,6%)	—	37,0	440	1,19	12,1
	2+1	25,0	282	1,127	7,7
	1+1	20,0	220	1,101	6,3
	1+3	10,0	105	1,050	2,9
	1+11	3,6	36,5	1,018	1,0
Οξικό οξύ Πυκνό Διάλυμα 10% N (6%)	—	98,0	1039	1,061	17,3
	1+9	10,0	101	1,015	1,7
	1+16	6,0	60	1,009	1,0
Καυστικό Na Διάλυμα 50% Διάλυμα 30% Διάλυμα 10% N (3,8 %)	—	50,0	765	1,532	19,1
	—	30,0	400	1,333	10,1
	—	10,0	111	1,112	2,8
	—	3,8	40	1,044	1,0

Παρασκευή δεικτών που χρησιμοποιούνται συνήθως στις αναλύσεις

Ηλιανθίνη : 1 g διαλύεται σε απ. νερό μέχρι όγκου 100 ml.

Φαινολοφθαλείνη : 1 g διαλύεται σε αιθυλική αλκοόλη (50 %) μέχρι όγκου 100 ml.

Ερυθρό του μεθυλίου : 0,1 g διαλύεται σε αλκοόλη μέχρι όγκου 100 ml.

Κυανούν της βρωμοθυμόλης : 0,1 g διαλύεται σε αλκοόλη (20%) μέχρι όγκου 100 ml.

Χρωμικό κάλιο : 10 g διαλύονται σε απ.νερό μέχρι όγκου 100 ml.

Άμυλο : 1 g διαλυτού στο νερό αμύλου αναμιγνύεται κλά με 10 ml απ.νερό και προστίθενται 90 ml ζέοντος απ.νερού το οποίο περιέχει 0,1 g θυμόλη. Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 1 min. Ψύχεται και φυλάσσεται σε κλειστή φιάλη.

Σύνθετος δείκτης που αποτελείται από : ερυθρό του μεθυλίου 100 mg – κυανό του μεθυλενίου 50 mg και αραίωση με αλκοόλη 50 % v/v στα 100 ml.

Χρωματικές μεταβολές ορισμένων δεικτών σε διάφορες περιοχές Ph

ΔΕΙΚΤΗΣ	ΠΕΡΙΟΧΗ pH	ΧΡΩΜΑ ΣΕ ΟΞΙΝΟ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ	ΧΡΩΜΑ ΣΕ ΑΛΚΑΛΙΚΟ ΠΕΡΙΒΑΛ.
Ηλιανθίνη	3,1 - 4,4	ΕΡΥΘΡΟ	ΚΙΤΡΙΝΟ
Φαινολοφθαλείνη	8,3 - 10,0	ΑΧΡΩΗ	ΕΡΥΘΡΗ
Ερυθρό του μεθυλίου	4,2 - 6,3	ΕΡΥΘΡΟ	ΚΙΤΡΙΝΟ
Κυανούν της βρωμοθυμόλης	2,8 - 4,6	ΚΙΤΡΙΝΟ	ΚΥΑΝΟ

ΓΙΑ ΤΟΝ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΟΥ ΘΕΙΩΔΟΥΣ

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΙΩΔΙΟΥ N/50

Συνήθως χρησιμοποιούμε αμπούλα διαλύματος ιωδίου (υπάρχει στο εμπόριο), η οποία εάν διαλυθεί σε 1 lt απιονισμένου νερού (ακρίβεια ογκομετρικής φιάλης), τότε το διάλυμα ιωδίου που προκύπτει από την αραιώση έχει τίτλο 0,1 N.

Το πάρα πάνω διάλυμα φυλάσσεται σε σκουρόχρωμη φιάλη σε σκοτεινό μέρος.

Για τη Παρασκευή του διαλύματος ιωδίου N/50, το οποίο θα χρησιμοποιήσουμε στον προσδιορισμό του θειώδους στον οίνο, απαιτούνται 200ml (ακρίβεια ογκομετρικής φιάλης) από το διάλυμα ιωδίου 0,1 N να αραιωθούν σε ογκομετρική φιάλη του 1lt.

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ H₂SO₄ 10%

100 ml πυκνού διαλύματος H₂SO₄ 96% με ακρίβεια ογκομετρικού κυλίνδρου αραιώνονται σε ογκομετρική φιάλη 1 lt (απαιτείται προσοχή στη αραιώση αυτή: αρχικά βάζουμε 500 ml απιονισμένου νερού στην ογκομετρική φιάλη και στη συνέχεια προσθέτουμε αργά και με συνεχή ανάδευση το πυκνό θειικό οξύ).

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ NaOH 4M

Ζυγίζουμε με ακρίβεια 160 gr στερεού NaOH (MB 40) σε καθαρό και στεγνό ποτήρι ζέσης (του 1 lt). Προσθέτουμε απιονισμένο νερό (περίπου 300 ml) και αναδεύουμε έτσι ώστε να διαλυθεί το στερεό NaOH (προσοχή η αντίδραση είναι εξώθερμη). Αφήνουμε το διάλυμα να κρυώσει και αραιώνουμε σε ογκομετρική φιάλη του 1 lt.

ΓΙΑ ΤΟΝ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΩΝ ΑΝΑΓΩΝΤΩΝ ΣΑΚΧΑΡΩΝ

α. αλκαλικό διάλυμα χαλκού:

Θειικός χαλκός ένυδρος CuSO₄×5H₂O : 25 g

Κιτρικό οξύ άνυδρο : 50 g

Ανθρακικό νάτριο Na₂CO₃×10H₂O : 388 g

ή 144 g (άνυδρο) Na₂CO₃

—Ο θειικός χαλκός διαλύεται σε 100 ml απ.νερό

—Το κιτρικό οξύ διαλύεται σε 200 ml απ.νερό.

—Και το ανθρακικό νάτριο σε 250 ml χλιαρό απ.νερό.

Τα δύο τελευταία διαλύματα αναμιγνύονται και στο μείγμα που προκύπτει προστίθεται και το διάλυμα του χαλκού (με συνεχή ανάδευση).Ο όγκος συμπληρώνεται με απ.νερό στα 1000 ml.

β.Διάλυμα ιωδιούχου καλίου 30% w/v

γ. Διάλυμα θειικού οξέος 25% (25 ml θειικό οξύ καθαρό αραιώνεται σε 100 ml απ. νερό)

δ. Διάλυμα θειοθειικού νατρίου ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.1 N