

ΣΤΕΤΡΟΔ/ΤΜΗΜΑ ΟΙΝΟΛΟΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΠΟΤΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΒΑΣΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΟΙΝΟΠΟΙΗΣΗΣ

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.

Πρέπει επίσης να διαθέτει κατάλληλο χώρο (να αερίζεται επαρκώς , να διαθέτει ζυγό φαρμακευτικό και υλικά συσκευασίας).

Ο οινολόγος φροντίζει έγκαιρα να προμηθευτεί τις οινολογικές ουσίες που θα χρειαστεί για την τρέχουσα οινοποιητική περίοδο.

Ενδεικτικά αναφέρουμε μερικές από αυτές:

- metabisufite καλίου (συσκευασίες 1 κιλού)
- τρυγικό οξύ (συσκευασία 25 κιλών)
- κιτρικό οξύ (συσκευασία 25 κιλών)
- αμμωνιακά (συσκευασία 10 κιλών ή 5 κιλών)
- (συσκευασίες μισού κιλού)
- ανθρακικό ασβέστιο (συσκευασία 25 κιλών)
- ένζυμα(συσκευασία 1 κιλού)
- μπετονίτης νατρίου (συσκευασία 25 κιλών)
- PVPP(συσκευασία 20 κιλών)
- οινολογικές τανίνες κ.λ.π

Για τις κλασσικές οινολογικές αναλύσεις χρειάζονται κατάλληλα όργανα και αντιδραστήρια.

Συνοπτικά θα περιγράψουμε τα στοιχειώδη όργανα που πρέπει να έχει στη διάθεση του ο οινολόγους έτσι ώστε να κάνεις 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

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 ανόργανου 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 (Na₂CO₃) για τη ταυτοποίηση του τίτλου των διαλυμάτων HCL: Διαλύουμε από 1 έως 3 gr άνυδρου Na₂CO₃ (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:

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

ΠΡΟΤΥΠΟ ΔΙΑΛΥΜΑ ΘΕΙΚΟΥ 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 θεικού 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 $K_2Cr_2O_7$ + απ. νερό αραίωση σε 1 lt
0.1 N θειικό οξύ	27 ml πυκνό H_2SO_4 + απ. νερό αραίωση σε 1 lt
0.1 N θειοθειικό νάτριο	24,82 g $Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$ + απ. νερό αραίωση σε 1 lt
0.1 N ιώδιο	12,82 g I_2 + 18g KI + απ. νερό αραίωση σε 1 lt
0.1 N NaOH	4.0 g NaOH + απ. νερό αραίωση σε 1 lt
0.1 N KOH	5.6 g KOH + απ. νερό αραίωση σε 1 lt
0.1 N HCl	8.6 ml π. HCl + απ. νερό αραίωση σε 1 lt

ΣΥΣΤΑΣΗ ΟΡΙΣΜΕΝΩΝ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΩΝ

ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΟ	ΜΕΡΗ ΟΓΚΟΥ	%W/W	%o g/lt	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

ΣΤΕΤΡΟΔ/ΤΜΗΜΑ ΟΙΝΟΛΟΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΠΟΤΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΒΑΣΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΟΙΝΟΠΟΙΗΣΗΣ

Υδροχλωρικό οξύ πυκνό 37%	—	37,0	440	1,19	12,1
Διάλυμα 25%	2+1	25,0	282	1,127	7,7
Διάλυμα 20%	1+1	20,0	220	1,101	6,3
Διάλυμα 10%	1+3	10,0	105	1,050	2,9
N (3,6%)	1+11	3,6	36,5	1,018	1,0
Οξικό οξύ					
Πυκνό	—	98,0	1039	1,061	17,3
Διάλυμα 10%	1+9	10,0	101	1,015	1,7
N (6%)	1+16	6,0	60	1,009	1,0
Καυστικό Na					
Διάλυμα 50%	—	50,0	765	1,532	19,1
Διάλυμα 30%	—	30,0	400	1,333	10,1
Διάλυμα 10%	—	10,0	111	1,112	2,8
N (3,8 %)	—	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.

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

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

Κυανού 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 αραιώση 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.

ΕΛΕΓΧΟΣ ΚΑΝΟΝΙΚΟΤΗΤΑΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΙΩΔΙΟΥ N/50

10 ml διαλύματος $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N τοποθετούνται σε κωνική φιάλη των 250 ml και προστίθενται 1 ml διαλύματος αμύλου 1%. Το διάλυμα αυτό τιτλοδοτείται με διάλυμα Ιωδίου και προσδιορίζεται η κανονικότητα του:

Διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Διάλυμα ιωδίου
Κανονικότητα $N_1 = 0,1$	Κανονικότητα $N_2 = \gamma$
Ογκος διαλύματος $V_1 = 10 \text{ ml}$	Ογκος διαλύματος $V_2 = a \text{ ml}$
$N_1 \times V_1/1000 = N_2 \times V_2/1000$	
$0.1 \times 10 = \gamma \times a$	
$X = 0,1 \times 10 / a$	

ΓΙΑ ΤΟΝ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΩΝ ΑΝΑΓΩΝΤΩΝ ΣΑΚΧΑΡΩΝ

α. αλκαλικό διάλυμα χαλκού:

Θειικός χαλκός ένυδρος $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$: 25 g

Κιτρικό οξύ άνυδρο : 50 g

Ανθρακικό νάτριο $\text{Na}_2\text{CO}_3 \times 10\text{H}_2\text{O}$: 388 g

ή 144 g (άνυδρο) Na_2CO_3

—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

ΠΡΟΤΩΚΟΛΛΑ ΚΛΑΣΙΚΩΝ ΟΙΝΟΛΟΓΙΚΩΝ ΑΝΑΛΥΣΕΩΝ ΤΟΥ ΓΛΕΥΚΟΥΣ/ΟΙΝΟΥ

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΔΑΤ

Για τον προσδιορισμό του ΔΑΤ χρησιμοποιούμε κατάλληλα αραιόμετρα:

Αραιόμετρο Baume: χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της πυκνότητας του γλεύκους, με θερμοκρασία αναφοράς τους 20°C. Δεν έχει μονάδες και δίνει μια γρήγορη προσέγγιση -εκτίμηση του ΔΑΤ (**Δυναμικός Αλκοολικός Τίτλος** του γλεύκους).

Για το γλεύκος χρησιμοποιούνται όργανα με διαβάθμιση 0 – 10 ή 10 - 20

Όταν το baume μετράται σε θερμοκρασία διαφορετική από τη θερμοκρασία αναφοράς τότε πρέπει να γίνεται διόρθωση και αναγωγή στους 20 °C:

$$Be(20\text{ }^{\circ}\text{C}) = be(T) + (T - 20) \times 0,045$$

ΑΡΑΙΟΜΕΤΡΟ Gay-Lussac (για πυκνότητες μεγαλύτερες της πυκνότητας του νερού):Είναι όργανο το οποίο μετράει απόλυτη πυκνότητα ή σχετική πυκνότητα με θερμοκρασία αναφοράς τους 20°C. Υπάρχουν όργανα με μεγάλη περιοχή πυκνοτήτων, όμως αυτά είναι μικρότερης ακριβείας από άλλα με μικρή περιοχή πυκνοτήτων.

Για την αναγωγή της μετρούμενης πυκνότητας $d(T/20)$ από θερμοκρασία T σε θερμοκρασία αναφοράς (20°C) ισχύει:

$$d(20/20) = d(T/20) + 0.0002 (T - 20)$$

Πρέπει να σημειώσουμε ότι τα όργανα αυτά φέρουν κάποιον κωδικό αριθμό τον οποίο σημειώνουμε και επιλέγουμε να χρησιμοποιούμε πάντα το συγκεκριμένο όργανο για όλες τις μετρήσεις εντός κλίμακας του οργάνου.

Φροντίζουμε για την καλή χρήση και καθαρισμό των οργάνων.

Προσέχουμε να μεταφέρουμε τα όργανα αυτά, κρατώντας τα από τν πλωτήρα και όχι από το λεπτό στέλεχος.

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΟΞΥΤΗΤΑΣ

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

A) Με δείκτη φαινολοφθαλείνη:

10 ml γλεύκους μεταφέρονται με σιφώνιο μιας ροής σε κωνική φιάλη των 250 ml. Προστίθενται λίγα ml απιονισμένου νερού (περίπου 20 ml) – προσθέτουμε μερικές σταγόνες δείκτη φαινολοφθαλείνης και τιτλοδοτούμε με διάλυμα NaOH 0,1 M μέχρι το διάλυμα να γίνει ροζ.

Έστω α ml η κατανάλωση του διαλύματος NaOH 0,1 M

Ογκομετρούμενη οξύτητα γλεύκους εκφρασμένη σε g/lit : $\alpha \times 0,75$

Στη περίπτωση που έχουμε ζύμωση ή το δείγμα είναι οίνος προηγείται της προσθήκης απιονισμένου νερού, θέρμανση μέχρι βρασμού.

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΕΛΕΥΘΕΡΟΥ/ΟΛΙΚΟΥ ΘΕΙΩΔΟΥΣ

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

1) Προσδιορισμός ελευθέρου θειώδους οξέος:

1.α) σε κωνική φιάλη των 250 ml, μεταφέρετε με σιφώνιο (μίας ροής) 50 ml , του προς εξέταση οίνου (αποφεύγετε την ανάδευση και αερισμό του οίνου πριν τον προσδιορισμό).

1.β) Προσθέσατε 3 ml διάλ. H_2SO_4 10% – 3 ml διάλ. αμύλου (πρόσφατο -συντήρηση σε ψυγείο) και 30 mg περίπου EDTA.

1.γ) Τιτλοδοτήστε άμεσα με διάλυμα ιωδίου N/50 μέχρι εμφάνισης κυανού χρώματος (10 sec): κατανάλωση: (n_0) ml.

2) Λευκός προσδιορισμός:

Επειδή κάποια συστατικά του οίνου ή πρόσθετες ουσίες (ασκορβικό οξύ) οξειδώνονται από το ιώδιο απαιτείται να γίνει διόρθωση της κατανάλωσης του ιωδίου για τον κυρίως προσδιορισμό. Σε ογκομ. φιάλη των 250 ml (με εσφυρισμ. πώμα) μεταφέρετε με σιφώνιο 50 ml του ίδιου οίνου και προσθέστε 5 ml διαλ. ακεταλδεύδης 7% w/v, στη συνέχεια πωματίζετε τη φιάλη και αφήσατε σε ηρεμία για τουλάχιστον 30 min. Μετά το τέλος του χρόνου προσθέσατε 3 ml διάλ. H_2SO_4 10% – 3 ml διάλ. αμύλου. Τιτλοδοτήστε άμεσα με διάλυμα ιωδίου μέχρι εμφάνισης κυανού χρώματος (10 sec): (n'') ml.

Διορθώστε τη κατανάλωση ιωδίου για το ελεύθερο θειώδες: ($n_0 - n''$) = n_1 ml

3) Προσδιορισμός δεσμευμένου θειώδους:

Στο δείγμα από το στάδιο 1:

(3.α) προσθέστε 8 ml διάλ. NaOH 4M – ανακινήστε μία φορά – και αφήνετε σε ηρεμία για 5 min.

(3.β) Προσθέσατε 10 ml διάλ. H_2SO_4 10% και τιτλοδοτήστε άμεσα με διάλυμα ιωδίου μέχρι εμφάνισης κυανού χρώματος (10 sec): (n_2) ml.

(3.γ) Προσθέστε στο ίδιο δείγμα ξανά 20 ml διάλ. NaOH 4M – ανακινήστε μία φορά – και αφήσατε σε ηρεμία για 5 min.

(3.δ). Προσθέσατε 30 ml διάλ. H_2SO_4 10% και τιτλοδοτήστε άμεσα με διάλυμα ιωδίου μέχρι εμφάνισης κυανού χρώματος (10 sec): (n_3) ml.

ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΕΙΣ

Στο ισοδύναμο σημείο η χρωματική μεταβολή (μωβ – κυανό)οφείλεται στο σχηματισμό συμπλόκου μεταξύ της οξειδωμένης μορφής του ιωδίου (I_2) και του αμύλου. Το σύμπλοκο I^- - αμύλου είναι άχρωμο.

Για τους ερυθρούς οίνους: Η χρωματική μεταβολή είναι δύσκολα αντιληπτή (λόγω του ερυθρού χρώματος του οίνου), έτσι απαιτείται ευρύλαιμη κωνική φιάλη (μεγάλη διάμετρος), και υποβοήθηση με κίτρινο φωτισμό.

Σε περίπτωση που ξεπεραστεί το ισοδύναμο σημείο, μπορεί να χρησιμοποιηθεί διάλυμα θειοθειικού νατρίου ($Na_2 S_2O_3$) N/100 για επαναφορά ή διόρθωση.

Στη περίπτωση του λευκού προσδιορισμού , γενικά η κατανάλωση είναι μικρή (0,2 -0,3 ml ιωδίου), όμως σε περίπτωση που στον οίνο έχει πρόσφατα προστεθεί ασκορβικό οξύ η κατανάλωση αυξάνεται σημαντικά (1 ml ιωδίου N/20 οξειδώνει 4,4 mg ασκορβικού οξέος.

Όταν η περιεκτικότητα στου θειώδους είναι παραπλήσια ή υπερβαίνει τα ανώτατα επιτρεπόμενα όρια, επιβάλλεται ο προσδιορισμός αυτού με τη μέθοδο αναφοράς καθώς επίσης και προσδιορισμός των θειικών αλάτων.

Η διατήρηση των δειγμάτων που πρόκειται να εξεταστούν για το ελεύθερο θειώδες δεν πρέπει να ξεπερνά τις 4 ημέρες και εφόσον έχει διατηρηθεί το δείγμα απουσία αέρα και στους 20 °C.

ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ

Γενικός τύπος : $\text{θειώδες οξύ (mg/l)} = \frac{(n) \times (N) \times (32) \times (1000)}{V}$

n : όγκος διαλύματος ιωδίου που καταναλώθηκε για τον προσδιορισμό (ml)

N: Η κανονικότητα του διαλύματος ιωδίου (N/50 ή N/20)

V: Ο όγκος του δείγματος τού οίνου που χρησιμοποιήθηκε στον προσδιορισμό.

Για το δείγμα μας ισχύει:

Ελεύθερο θειώδες $\text{mg/l: } (n_1 \times 12.8)$

Δεσμευμένο θειώδες $\text{mg/l: } (n_1 - (n_2 + n_3)) \times 12.8$

Ολικό θειώδες $\text{mg/l: } (n_1 + n_2 + n_3) \times 12.8$