

Merenje SO₂ u vinu



Saznajte sve o merenju SO₂ u vinu



SADRŽAJ



Zašto je SO₂ bitan str. 4



Šta Vam je potrebno str. 13



Kako meriti str. 21



UVOD

Kvantitavne analize su bitne svima koji prave vino i to u svim fazama od berbe, fermentacije, starenja i flaširanja. *sting* is growing in popularity due to cost and convenience. Testiranje kod kuće je sve više popularnije jer je finansijski pristupačnije i komfornije.

Vitalno za uspeh je da podaci merenja predstavljaju pravo stanje vina ili soka. Preciznost i konzistentnost rezultata merenje zavisi od pravilnog uzorka i adekvatne metode merenja kao i efektivne realizacije.

Kako bi Vam pomogla, Hanna instruments je sastavila seriju elektronskih knjiga u cilju edukacije o vršenju analiza kod kuće. Ova elektronska knjiga se bavi testiranjem SO_2 .

Obrađene teme su:

- Kako SO_2 utiče na kvalitet vina
- Neophodna oprema za vršenje analiza
- Kako da koristite tu opremu za dobijanje tačnih rezultata





ZAŠTO JE SO₂ BITAN PARAMETAR

1 Šta je sumpor-dioksid?

Sumpor dioksid (SO₂) je molekularno jedinjenje koje proizvođači vina dodaju vinu kako bi se postigla stabilnost. Sumpor dioksid je poznat pod mnogim terminima kao što su "SO₂" "metabisulfit", ili "sulfit".

Sumpor dioksid se obično meri u delovima po milionu ili ppm. Njegova merna jedinica je kvantitativni izraz koliko ima sumpor-dioksida u milionitom delu vina. Druga merna jedinica je mg/L koja se odnosi na koliko miligrama ima u jednom litru vina.

Benefit SO₂ kao stabilizatora je prepoznat još od starih Rimljana i Egipćana. Od tada je najrasprostranjeniji i kedan od najbezbednijih stabilizatora u ne samo vinskoj industriji već u prehrambenoj u najširem mogućem smislu.

Postoji nekoliko veoma bitnih i specifičnih razloga za dodavanje SO₂ vinu, a oni su:

- Doprinosi redukaciji nepoželjnih bakterija, kvasaca i plesni.
- Deluje kao antioksidans - usporava proces oksidacije.
- Održava poželjne karakteristike vina kao što su ukus, voćna aroma i miris.



ZAŠTO JE SO₂ BITAN PARAMETAR

SO₂ može da ima i negativne rezultate po vino.

- Može da uspori ili čak potpuno zaustavi fermentaciju
- Proizvede nepoželjan ukus i miris vina

SO₂ je poznat i kao alergen za mnoge asmatičare pa je njegova koncentracija striktno regulisana. Obično se traži da finalni proizvod koji ima više od 10 ppm sumpor-dioksida to ima istaknuto na etiketi, a maksimalni dozvoljeni nivo je određen na 350 ppm sumpor-dioksida.

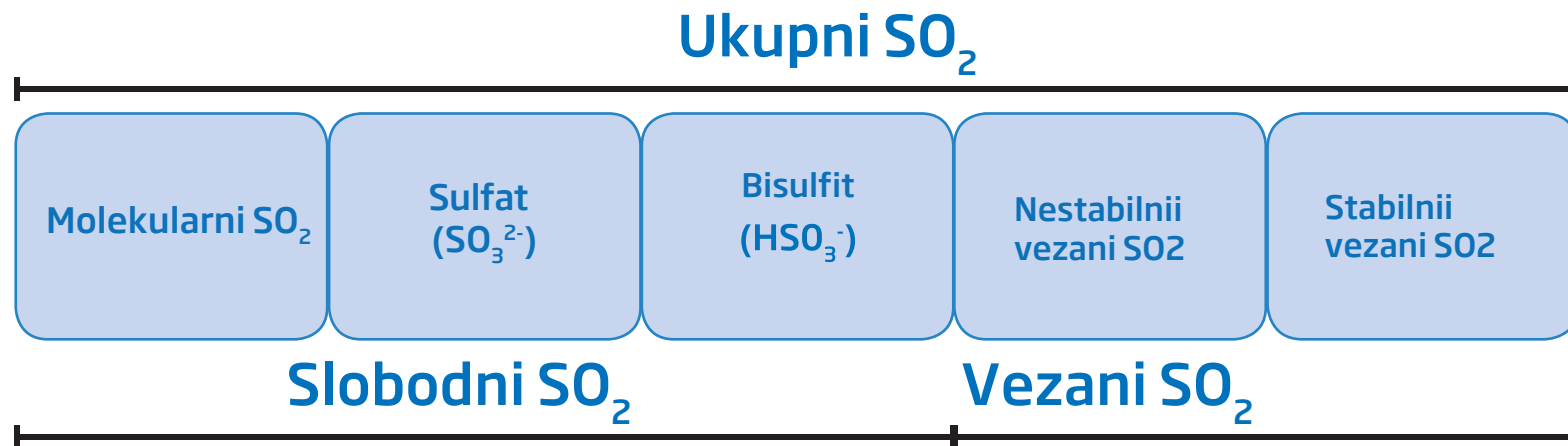


ZAŠTO JE SO₂ BITAN?

2 Razumeti kako SO₂ funkcioniše

Pre nego što pređemo na merenje koncentracije sumpor-dioksida u vinu, vrlo je važno da pre toga razjasnimo šta je to što se tačno meri i kako je to SO₂ prisutan u vinu.

Kada se sumpor-dioksid doda vinu, deo istog trenutka postane vezan za razne komponente u vinu, dok ostatak ostaje nevezan, odn. slobodan SO₂ i upravo je on odgovoran za stabilnost vina. Ukupna koncentracija oba sumpor-dioksida je tzv. ukupni sumpor-dioksid. Veza između količine ukupnog SO₂ i količine slobodnog SO₂ je jako kompleksna i dosta varira.





Postoje 2 glavna tipa slobodnog SO₂ u vinu: molekularni SO₂ i bisulfit (HSO₃⁻). Bisulfit ima dosta više a taj tip nije efektivan u stabilizaciji vina. Molekularni SO₂ će biti taj koji će odigrati zaštitnu ulogu. pH je ključan određujući faktor po pitanju koliko će biti dostupnog slobodnog SO₂. Preporučena količina molekularnog SO₂ je koncentracija od 0.825 ppm. Ova koncentracija se treba održavati kroz ceo proces pravljenja vina. U tabeli ispod su prikazane potrebne količine slobodnog SO₂ da bi se održavao idealni nivo molekularnog SO₂ pri raznim pH vrednostima .

pH	3.0	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6	3.7	3.8	3.9
Slobodan SO ₂	14	18	22	28	35	44	55	69	87	109

Koncentracija molekularnog SO₂ može se izvesti iz koncentracije slobodnog SO₂ preko formule:

$$\text{Molecular SO}_2 = (\text{slobodan SO}_2) / (10^{\text{pH}-1.81} + 1)$$



ZAŠTO JE SO₂ BITAN?

3 Dodavanja i kontrola SO₂

Od kritičnog je značaja u procesu pravljenja vina znati kada i koliko treba da se doda SO₂ vinu. Kako je već navedeno, SO₂ može da uspori ili potpuno zaustavi fermentaciju malolaktičke kiseline. Nivo slobodnog SO₂ od samo 5 do 8 mg/L je dovoljan da utiče na fermentaciju. Inicijalno dodavanje se mora vršiti vrlo oprezno kako bi se dodala dovoljna količina sumpor-dioksida koja obezbeđuje sve benefite dok se fermentacija odvija nesmetano.

Nakon završetka fermentacije, dodaje se nova količina SO₂ kako bi se eliminisale preostale bakterije i kvasac i sprečio njihov rast. Tokom prvog dodavanja veće količine SO₂, dosta slobodnog SO₂ će se vezati za razna jedinjenja u vinu smanjujući nivo slobodnog SO₂ za oko 30-50%.

Obično se prvo veće dodavanje vrši imajući u vidu tu činjenicu. Nivo slobodnog SO₂ se treba analizirati na svakih nekoliko dana nakon što je izvršeno inicijalno dodavanje ostavljajući vremena da slobodni SO₂ odreaguje sa jedinjenima u vinu.

Situacija	Molekularni SO ₂ (mg/L)
Storage	0.5-0.8
Market	0.4-0.6
Bactericidal effect	0.6-0.82
Bottling dry red wines	0.3-0.6
Bottling dry white wines	0.4-0.8
Bottling sweet wines	0.8-1.2
Sensory perception	2.0



ZAŠTO JE SO₂ BITAN?

Većina proizvođača vina vrši naknadno dodavanje SO₂ vinu odmah pre flaširanja. To služi da se vino zaštiti do trenutka konzumacije. Slobodan SO₂ brzo reaguje sa kiseonikom, a kiseonik je prisutan u flaši (deo ispod zatvarača) pa je manje slobodnog SO₂ raspoloživo da zaštiti vino. Stoga se dodaje veća koncentracija SO₂ tokom procesa flaširanja kako bi se ovo nivelisalo.

Sumpor-dioksid se dodaje vinu na nekoliko načina.

Tipične metode su:

- Kalijum metabisulfit (K₂S₂O₅)
- Natrijum metabisulfit (Na₂S₂O₅)
- SO₂ u gasnom ili tečnom stanju

Tipične mere za ove metode su:

- K₂S₂O₅: 0.044 g/L za dodatih 25 ppm; 0.174 g/L za dodatih 100 ppm
- Na₂S₂O₅: 0.037 g/L za dodatih 25 ppm; 0.148 g/L za dodatih 100 ppm
- SO₂: 0.025 g/L za dodatih 25 ppm; or 0.1 g/L za dodatih 100 ppm



ZAŠTO JE SO₂ BITAN?

4 Analiza SO₂

Postoji nekoliko metoda za utvrđivanje koncentracije SO₂ u vinu. Dve metode koje su najrasprostranjenije su:

- Aeraciona-oksidaciona metoda
- Riperova metoda

Obe metode u osnovi imaju kvanititativnu hemijsku analizu koja se zove titracija.

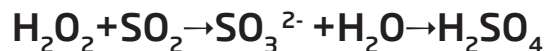
Titracija je tehnika gde se koristi rastvor poznate koncentracije za utvrđivanje nepoznate koncentracije u drugom rastvoru. Titrant, ili rastvor poznate koncentracije, se dodaje analitu čija je koncentracija nepoznata sve dok se ne dostigne krajnja tačka titracije. Znajući koncentraciju titranta koji se dodaje omogućuje određivanje nepoznate koncentracije u analitu. Indikator se koristi za detekciju završne tačke titracije na osnovu promene boje. Pored ovoga, završna tačka se može odrediti na osnovu vrednosti koje daje elektroda.



ZAŠTO JE SO₂ BITAN?

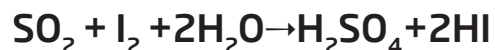
a. Aeraciona-oksidaciona metoda

Aeraciona-oksidaciona metoda za analize sumpor-dioksida je odobrena metoda za određivanje slobodnog i ukupnog SO₂ iz zakiseljenog rastvora koji je predestilovan. Destilat se izdvaja u rastvor vodonik peroksida i tu se SO₂ oksiduje do sumporne kiseline (H₂SO₄). The volume of standardized sodium hydroxide (NaOH) required to titrate the acid formed is then measured to calculate SO₂ levels. Potom sledi sledeća hemijska reakcija:



b. Riperova metoda

Riperova metoda je druga široko rasprostranjena metoda za anлізу i slobodnog i ukupnog SO₂ u vinu. U ovoj metodi titracije, jod se koristi za određivanje slobodnog sumpor-dioksida. Kraj ove reakcije je signaliziran promenom plave i crne boje skroba koja nastaje usled prisustva viška joda. Elektroda za oksido-redukucijski potencijal (ORP) se takođe može koristiti za određivanje krajnje tačke titracije. Ukupni SO₂ se može odrediti tako što se u uzorak prvo doda natrijum hidroksid uz pomoć kog se oslobađa vezani sumpor-dioksid i prelazi u rastvor. Reakcija je predstavljena jednačinom.





ZAŠTO JE SO₂ BITAN?

c. Riperova metoda sa jodidom (modifikovana Riperova metoda)

Ovo je verzija Riperove metode koja koristi jodid kao titrant umesto joda. Ovo se postiže tako što se dodaje kalijum jodid (KI) uzorku da bi se formirao jod od jodida koji se dodaje uzorku koji se analizira. To je hemijska reakcija:



Kada je jod formiran u uzorku, titracija se nastavlja kao u slučaju uobičajne Riperove metode.

Prednost ove metode, odn. kada se jod formira iz jodida u uzorku je ta što je titrant jodid dosta stabilniji od joda. Jod je podložan da se razgradi pod uticajem UV zračenja i toplote, kao i prilikom isparavanja tokom vremena pa je potrebno često proveravati da je utvrđena koncentracija tačna. Jodid će se tokom vremena od joda.

Ova elektronska knjiga će se fokusirati na modifikovanu Ripеровu metodu jer je ona najpopularnija među proizvođačima vina.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?

Postoje dva načina za izvođenje titracije, ručno ili preko automatskog titratora.

a. Ručna titracija

Kod ručne titracije, bireta se koristi da se polako dodaje titrant uzorku. Indikativni rastvor će obično promeniti boju što je signal za određivanje krajnje tačke titracije. Na osnovu poznate hemijske jednačine specifične za titraciju gde se uz pomoć količine dodatog titranta da bi se dostigla krajnja tačka određuje nepoznata koncentraciju u uzorku. Ručna titracija može da bude problematična jer je teško samo vizualno odrediti tačan trenutak kada je došlo do promene boje. Ovo je pogotovo izraženo kod analize uzoraka crvenog vina.

b. Automatska titracija

Automatska titracija se vrši preko uređaja koji dodaje titrant, određuje krajnju tačku i izračunava koncentraciju u uzorku vina automatski. Automatski titratori omogućavaju preciznije rezultate merenja i ponovljivost analiza iz dva razloga. Prvi je elektrohemijski indikator tj. ORP elektroda uz pomoć koje se automatski određuje krajnja tačka što je drastično pozdanije od odokativnog određivanja promene boje. Drugi razlog je precizna pumpa za doziranje koja je i osnova svake automatske titracije i upravo ona dodaje titrant što je mnogo bolje rešenje od ručnog dodavanja uz pomoć birete (ručna titracija).

Hanna Note

- Ako koristite ORP elektrodu / merač da odredite krajnju tačku u slučaju ručne titracije, to je preciznije alternativa vizualnom indikatoru.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?

Opcije titracije u proizvodnji vina

Fokus knjige

	Manual Titration with Color Indicator	Jednparametarski titrator	Multiparametarski titrator
Parametri	SO ₂	SO ₂	SO ₂ , kiselina, YAN, redukujući šećeri...
Metod detekcije	Promena boje (vizualno)	Potenciometrijska (ORP elektroda)	Potenciometrijska (ORP i pH elektroda)
Preciznost doziranja	Niska	Visoka	Vrlo visoka
Vreme	Dosta vremena je potrebno	Brzo (malo je potrebno)	Brzo (malo je potrebno)
Računanje	Ručno	Automatska, fiksna	Automatska, fleksibilna
Režimi merenja	Titracija	Titracija, ORP	Titracija, ORP, pH, ISE
Grafički prikazi u relnom vremenu	Ne	Da	Da
Trošak opreme	\$25-100	\$800	\$8-10k
Automatizacija	Ne	1 uzorak	Kompatibilni autosempler



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?

Evo na šta treba da obratite pažnju kada birate automatski titrator, elektrodu i rastvore.

Titратор:

Mora da ima - Automatski titrator za anлізу i ukupnog, i slobodnog SO₂ po Ripеровој metodi.

Dobro je da ima - Pricuznu pumpu za doziranje koja autmatski određuje krajnju tačku titracije pa je samim tim jednostavnije vršiti analize, a rezultati su precizniji i pouzdaniji. Prikazi na ekranu kao što su grafikoni u relnom vremenu koji obezbeđuju da se prati proces titracije i mogućnost čuvanja podataka i njihovog prenosa na računar su vrlo poželjne karakteristike automatskog titratora. keeping.

Elektroda:

Mora da ima - ORP elektroda za praćenje redoks hemijske reakcije: $\text{H}_2\text{SO}_3 + \text{I}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{HI}$.

Dobro je da ima - ORP elektroda bi trebalo da ima sistem za prevenciju začepljenja. Ovaj sistem sprečava začepljenje referentnog spoja do kojeg dolazi usled čvrstih ostataka koji se nalaze u uzorku vina.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?

Rastvori

- **Titracijski rastvori:** Standardni titrant je od ključne važnosti za precizno određivanje SO_2 .
- **Titracijski reagensi:** Sve hemikalije koje se koriste u titraciji moraju da budu određene čistoće. Ovo se odnosi i na 25% sumporna kiselina, kalijum jodid i jodid (stabilni jod).
- **Rastvori za čišćenje:** Začepljenje referentnog spoja je broj jedan problem u merenju SO_2 . Ovo je naročito izraženo u analizi vina upravo zbog toga što na ORP elektrodi ostaju ostaci iz uzorka vina. Prljavština ili začepljenje na elektrodi ima za posledicu buku, sporiji odziv elektrode i/ili prevelika odstupanja. Čišćenje elektrode rastvorima baš za tu namenu osiguravate da se ovaj problem izbegne.
- **Rastvori za čuvanje:** nekoliko kapi ovih rastvora se treba staviti u zaštitni poklopac pre nego što odložite instrument na čuvanje kako bi se sprečio gubitak elektrolita.

Laboratorijska oprema: laboratorijske posude i pipete.

Hanna Note

Neki titracijski sistemi imaju već izmerene i standardizovane hemikalije kako bi vršenje analiza bilo što jednostavnije.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?

Pumpa za
precizno
doziranje

Špric za titrant

Ugrađena mešalica



Karakteristike idealnog jednoparametarskog mini titratora:

Jednostavni za upotrebu, tačni i brzi!

Mini titrator bi trebalo da ima:

- Već isprogramiran metod analize i algoritam koji određuje ekvivalent krajnje tačke titracije.
- Preciznu pumpu za doziranje koja prilagođava dodavanje titranta na osnovu napona.

Ovaj mini titrator dozira titrant, detektuje krajnju tačku i obavlja sve potrebne kalkulacije automatski i to sve za jako kratko vreme u poređenju sa ručnom titracijom.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?



Karakteristike idealnog multiparametarskog mini titratora: jednostavan za upotrebu, precizan, brz i prilagodljiv.

Multiparametarski mini titrator treba da ima:

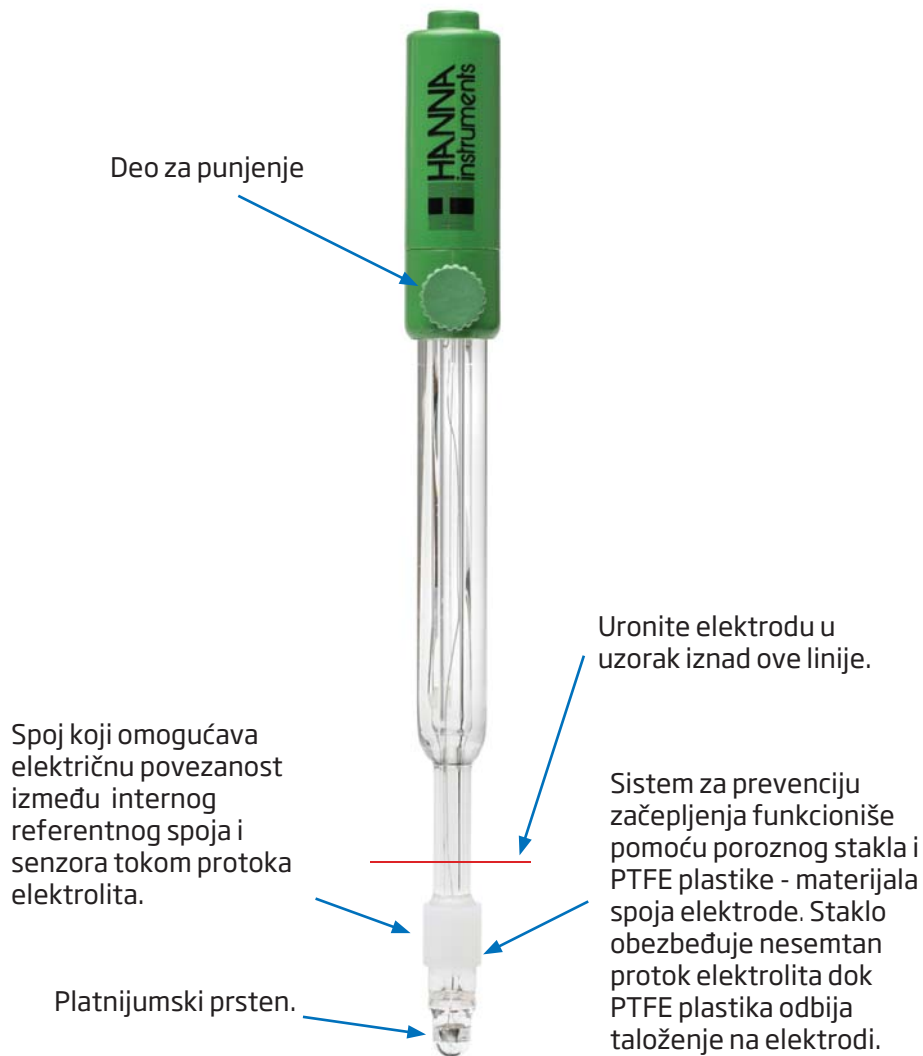
- Mogućnost da uvrsti više parametaran u jednu jedinicu.
- Mogućnost da se vrše podešavanja koja se potpuno prilagođavaju raznim kalkulacijama i različitim režimima doziranja.
- Više režima merenja kako bi se mogli odrediti , pH, ORP, ili koncentracija jona u zavisnosti od toga koja je elektroda povezana sa mini titratorom.

Hanna Note

Ovo je idealno "sve u jednom uređaju" rešenje jer se određuju kiselost, SO_2 , redukujući šećeri, azotna jedinjenja koja mogu da koriste kvasac.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?



Karakteristike idealne ORPelektrode:

Idealna ORP elektroda treba da bude napravljena specijalno za analize uzorka vina.

Kod konvencionalnih elektroda do začepjenja može da dođe jako brzo ako u uzorku vina ima čvrstih materija.

Idealna elektroda treba da ima sistem za prevenciju začepjenja. Ovo znači da spoj elektrode izrađen od stakla ili PTFE plastike koji obezbeđuje stabilan i predvidljiv protok elektrolita, a za sve to vreme je spoj otvoren. Hidrofobna svojstva PTFE takođe štiti od vlage i ostataka vina.



ŠTA VAM TREBA ZA MERENJE?

Karakteristike idealnih rastvora

Rastvori treba da bude sertifikovani i prilagođeni specifičnostima analize vina.

Rastvori za čišćenje elektroda: Specially designed cleaning solutions remove wine, juice, and must stains and deposits without damaging the electrode.

Rastvori za čuvanje elektroda: A storage solution is designed to keep the electrode hydrated and ensure optimum performance. Properly stored electrodes exhibit higher accuracy and have a longer lifespan.

Rastvori za određivanje ORP : 240 mV rastvor za utvrđivanje ORP-a je napravljen za testiranje performansi ORP elektroda. Kada se ORP elektroda uroni u ovaj rastvor, očitavanja treba da budu u okviru +/- 20 mV od iskazane vrednosti (na 25°C). Ovaj rastvor služi za dijagnostiku da li je ORP elektrodi potrebna kalibracija ili treba da se zameni rastvor za punjenje.



Hanna Note

- Koristite samo sveže rastvore i regense i ne koristite one koji su otvoreni duže od 6 meseci.
- Uvek držite vrh elektrode uronjen u rastvor.



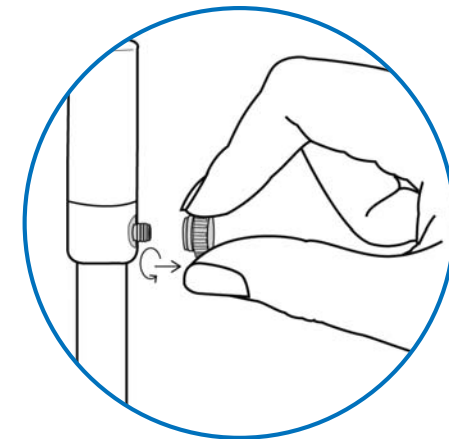
KAKO DA MERITE SO₂

Svaki titrator se različito funkcionira i različito se podešava. Generalni pristup koji se i preporučuje u ovoj elektronskoj knjizi je koristan za sve slične titratore koji koriste modificiranu Riperovu metodu.

1 Priprema

a. Priprema ORP elektrode

- Uklonite zaštitni poklopac sa elektrode.
- Uverite se da je skinut poklopac sa rupe za punjenje.
- Uverite se da u elektrodi ima dovoljno rastvora za punjenje.
- Očitavanja su ispravna u rastvoru za utvrđivanje ORP -a.

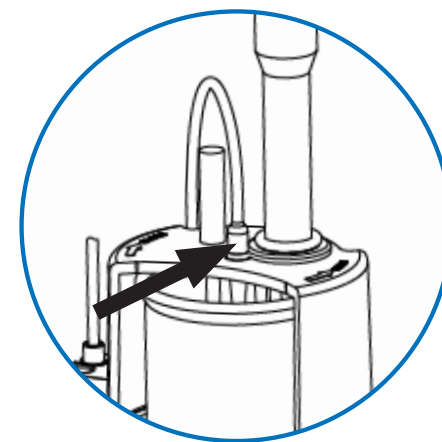




KAKO DA MERITE SO₂

b. Ispiranje i punjenje bireta

- U cilju pravilnog korišćenja automatskog titratora, biretu i cev napunite titrantom.
- Pre nego što uključite pumpu za doziranje, cevčicu za doziranje spojite sa flašom sa titrantom, a vrh sistema za doziranje treba da bude postavljen iznad posude za ispiranje.



Hanna Note

Ispiranje i punjenje birete treba da se vrši svaki put kada:

- Ako vrh nije ispunjen titrantom.
- Kadgod su promenjene cevčice za doziranje.
- Kada se koristi nova flaša titranta.
- Ako je primenjivo, posle kalibracije pumpe za doziranje.
- Pre otpočinjanja serije titracija.

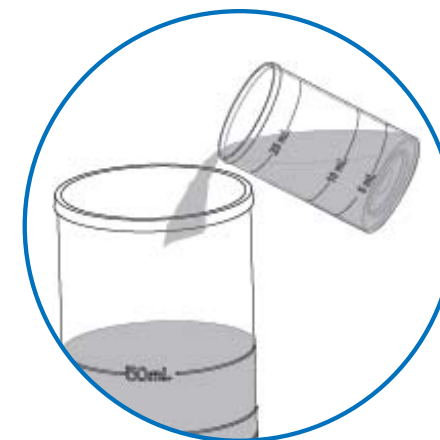


KAKO DA MERITE SO₂

c. Kalibracija pumpe i standardizacija titranta

Za jednoparametarski SO₂ titrator se radi kalibracija pumpe, dok se kod multiparametarskih vrši standardizacija titranta.

- Precizno dodajte rastvor za kalibraciju pumpe ili standardni titrant u čistu posudu.
- Dodajte 5 mL reagensa kiseline uzorku.
- Dodajte kalijum jodid u posudu sa uzorkom.
- Isperite ORP elektrodu sa dejonizovanom vodom i uronite je u uzorak tako da bude potpuno uronjen referentni spoj. Be sure that the tip of the electrode the stirrer.
- Ubacite vrh pumpe u uzorak, uz oprez da je vrh potopljen u uzorak u dubini od oko 0.1".
- Otpočnite odmah titraciju sa jodidom.





KAKO DA MERITE SO₂

● Merenje

Merenje slobodnog i ukupnog SO₂

- Upotrebite čistu pipetu da dodate 50 mL vina u posudu od 100 mL .

Za ukupan SO₂ (samo)

- Dodajte 5 mL alkalnog reagensa, prekrijte posudu i kovitlajte. Ostavite da odstoji oko 10 minuta.
- Koristeći posudu od 20 mL, dodajte 5 mL reagensa kiseline uzorku.
- Dodajte jednu kesicu kalijum jodida uzorku.
- Isperite ORP elektrodu sa dejonizovanom vodom i uronite je u uzorak tako da bude potpuno uronjen referentni spoj. Uverite se da vrh elektrode ne udara u mešalicu.
- Ubacite vrh za doziranje u uzorak, uz pažnju da je vrh uronjen u uzorak u dubini od oko y 0.1" .
- Otpočnite odmah titraciju sa jodidom.

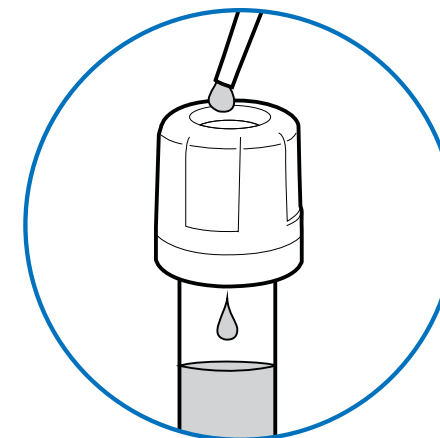
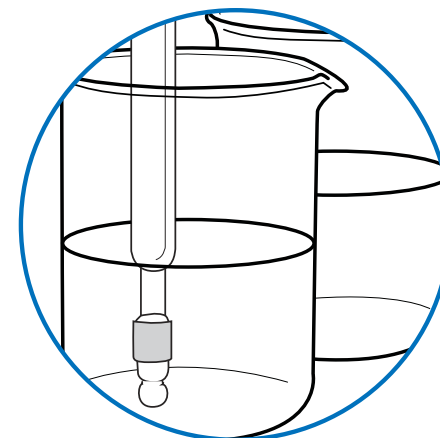




KAKO DA MERITE SO₂

3 Čišćenje i čuvanje

- Kada ste završili sa titracijom uzorka, skinite ORP elektrodu sa držača za elektrodu isperite sa vodom sve dok ne uklonite sve ostatke od vina.
- Ispitajte ORP elektrodu da proverite da li treba da se napuni sa rastvorom za punjenje (tako je nivo manji od ½ inča gledano od rupe za punjenje na elektrodi).
- Ako je vino prisutno u ORP elektrodi (lakše je uočljivo u slučaju crvenog vina), onda ispraznite pa isperite elektrodu i ponovo je napunite sa rastvorom za punjenje. Zatvorite rupu za punjenje.
- Napunite manju posudu sa rastvorom za čišćenje vina.
- Uronite ORP elektrodu na 5 do 15 minuta uz oprez da je spoj uronjen.
- Napunite zaštitni poklopac elektrode do pola sa rastvorom za čuvanje i vratite zaštitni poklopac elektrode tako da je spoj elektrode uronjen u rastvor za čuvanje.



Hvala na čitanju!

Naši stručnjaci su tu da Vam pomognu.

Posetite nas na
wine.hannainstruments.rs

Email
office@hannainstruments.rs

Pozovite nas na
0113242922

