

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
ZİRAAT FAKÜLTESİ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

ŞARAP TEKNOLOJİSİ DERSİ
LABORATUVAR ANALİZ YÖNTEMLERİ FÖYÜ

HAZIRLAYAN
PROF. DR. TURGUT CABAROĞLU
ARŞ. GÖR. MERVE DARICI

ALKOL TAYİNİ

1. Damıtma yöntemi

Gerekli Çözeltiler:

- Damıtma Cihazı
- Alkolimetre

İşlem:

100ml veya 200ml'lik ölçü balonuna çizgisinin biraz üstüne kadar şarap doldurulur ve normal sıcaklıktaki su banyosunda 30dk bekletilir. Bundan sonra şarap seviyesi tam çizgiye getirilir ve bir huni yardımıyla 300 veya 500ml'lik damıtma balonuna alınır ve ölçü balonu 4 kez, her defasında 10-15ml damıtık su ile çalkalanır ve damıtma düzeneğine konur.

Kaynatmanın muntazam olması için, damıtma balonunun içine birkaç tane sünger taşı atılır. Damıtma başlığı oturtularak soğutucuya bağlanır, soğutucu çalıştırılır ve kullanılan ölçü balonu soğutucu altına yerleştirildikten sonra, damıtmaya başlanır. Ölçü balonuna birkaç ml damıtık su konur ve soğutucudan çıkan tüpün ucu su içine daldırılır.

Damıtma yavaş yavaş yapılır ve ölçü balonuna yaklaşık olarak 75ml (veya 170ml) damıtık geçinceye kadar devam edilir. Damıtma işi sona erdikten sonra ölçü balonunu çizgiye yakın bir yere kadar damıtık su doldurulur ve bir elle boğazının ucundan tutarak diğer el ayası içinde çevrilerek su ile alkolün karışması sağlanır. Su banyosunda, normal sıcaklıkta 30 dakika bırakıldıktan sonra damıtık suyla tam çizgiye getirilir ve iyice karıştırılır. Daha sonra silindire dökülerek, alkolimetre ile alkol miktarı bulunur.

2. Piknometre İle Alkol Tayini

İşlem:

Piknometre ile yoğunluğu tayin edilen şarap damıtma balonuna alınır ve piknometre her defasında bir miktar su ile 3-4 kez çalkalanır ve damıtma balonuna aktarılır. Toplama kabı olarak aynı piknometre kullanılır. Damıtık piknometrenin boğazına gelinceye kadar damıtmaya devam edilir ve kılcal boru yardımı ile çizginin biraz üstüne kadar damıtık su ile doldurulur.

20°C'de, su banyosunda 20-30 dakika bırakılır. Bu süre sonunda piknometre, damıtık su ile çizgiye tamamlanır ve terazinin yanında birkaç dakika bırakılarak, tartılır.

Bulunan ağırlık piknometrenin su kıymetine bölünerek, alkollü sıvının yoğunluğu bulunur. Bu yoğunluk karşılığı olan alkol miktarı, ağırlık olarak alkol cetvelinden bulunur. Diğer bir cetvel yardımıyla da, ağırlık karşılığı olan hacim bulunur.

3.Ebülliometre Yöntemi

İşlem:

Ebülliometrenin kazanına (iç kısımdaki çizgiye kadar) yaklaşık 17ml su konur. Bu işlem esnasında soğutucuya su konulmaz. İspirto ocağı yakılarak ısıtmaya başlanır. Üstten buhar çıkmaya başladıktan 3-4 dakika içerisinde civa seviyesi sabitleşir. Böylece barometrik basınç ayarlanmış olur. Bu kaynama derecesi aygıtla verilen özel sıkalada alkol oranını "0" olarak gösterilen çizgi ile karşılaştırılır. Daha sonra birkaç kez alkolü belirlenecek örnek ile çalkalanır. Sonra yaklaşık 45ml şarap (iç kısımdaki halkaya kadar) konur. Soğutucu kısmına da su konur. Örnek kaynamaya başlayınca civa yükselir ve sabit kaldığı derece okunur. Sabitleştirilmiş şarabın kaynama derecesinin karşısındaki rakam % hacim olarak alkol niceliğini gösterir.

YOĞUNLUK -NİSBI YOĞUNLUK -ÖZGÜL AĞIRLIK

Piknometre, Areometre (Dansimetre) ve benzeri araçlar kullanarak, Damıtık Alkollü içki, Likör ve ispirotlarda birden fazla amaç için yoğunluk-özümlü ağırlık tayini yapılmaktadır.

Yoğunluk, nisbi yoğunluk ve özgül ağırlık, pratikte birbirine karıştırılan, verdikleri sonuçlar bakımından bazen eşdeğer, çoğu zamanda, aralarında az veya göz ardı edilemeyecek kadar farklılıklar gösteren kavramlardır.

Kimya ve Gıda Sanayisinde sıkça kullanılan cetvellerden yararlanarak, bulunacak sonuçlar ve bunların gerektirdiği hesaplama teknikleri bakımından da önemli olan bu kavramlara açıklık getirmek yararlı olacaktır.

Yoğunluk (Mutlak-Yoğunluk)

Bir maddenin kütlemezinin hacmine bölünmesi sonucu elde edilen bir değerdir.

$$\text{Yoğunluk} = \frac{\text{Kütle (m)}}{\text{Hacim (V)}}$$

Birimi kg/m^3 , kg/l veya g/ml 'dir. Çünkü litre ile desimetreküp, mililitre ile santimetreküp pratikte aynı kabul edilmektedir. Yoğunluk değişik sıcaklık derecelerinde ifade edilebilmektedir. Örneğin 20°C , 17°C , 40°C gibi.

Nisbi Yoğunluk

Bir maddenin mutlak yoğunluğunun, standart karşılaştırma maddesinin yoğunluğuna oranıdır ve (d) harfiyle sembolize edilir.

Yoğunluk değişik ısı derecelerinde ifade edilebildiği için, nisbi yoğunlukta, maddenin ve standart karşılaştırma maddesinin yoğunluklarının ısı derecesi yazımda mutlaka belirtilir. $20^\circ\text{C}/20^\circ\text{C}$ gibi. Standart karşılaştırma maddesine ait ısı derecesi paydaya yazılır. Akışkanlarda, standart karşılaştırma maddesi olarak su kullanılır.

Özgül Ağırlık (Ağırlıklar Oranı)

Bilinen sıcaklık ve hacimdeki bir sıvının ağırlığının aynı sıcaklık ve hacimdeki suyun ağırlığına oranıdır.

Özgül ağırlık, değişik sıcaklıklarda ölçülebilmektedir. Bu nedenle ifade edilirken ısı derecesi de mutlaka belirtilir. 15°C/15°C, 17.5°C/17.5°C, 20°C/20°C gibi. Ancak, bugün özgül ağırlığın ölçülmesinde yaygın olarak kullanılan sıcaklık 20°C'dir.

Bir maddenin ağırlığı, tartım aynı duyarlılıkta yapılsa bile, havanın etkisi nedeniyle, tartımın yapıldığı yere göre değişim göstermektedir. Özgül ağırlığın belirlenmesinde yapılan tartımlar havalı ortamda yapılmaktadır. Ancak özgül ağırlık, iki tartımın birbirine oranı olduğu için ve hacimde aynı olduğundan, havanın tartımlar üzerine etkisi aynı yönde ve aynı değerdedir. Bu nedenle sıvının ve suyun daralı ağırlıkları değişse de, piknometrenin darası da aynı oranda değişecek ve sıvının ve suyun ağırlığında olan değişikliği ortadan kaldırarak özgül ağırlığın değişmesine engel olamayacaktır. Bu bakımdan özgül ağırlığın kuramsal olarak değişmeyeceği kabul edilir.

Ancak, kullanılan suyun saflık derecesi, hacim aynı da olsa suyun ağırlığına etkili bir faktör olduğundan, özgül ağırlığı etkilemektedir. Bu nedenle, özgül ağırlık belirlemede, iyi arıtılmış saf su kullanılır. Başlangıçta belirtildiği gibi, yoğunluk, nisbi yoğunluk ve özgül ağırlık değerlerinin karşılığı, alkollü içkilerin içerdikleri bazı maddelerin miktarını veren ve yaygın olarak kullanılan cetveller düzenlenmiştir.

Bu cetvellerin hazırlanmasında, belli bir ısı derecesi baz alınmış ve yoğunluk veya özgül ağırlığa göre düzenlenmişlerdir. Bu bakımdan ölçümün, kullanılacak cetvelde belirtilen koşullarda yapılmış olması veya mümkünse düzeltmesinin yapılması veya yoğunluk-nisbi yoğunluk ve özgül ağırlık arasında birbirine dönüşümü sağlayan şu formüllerden yararlanılması gerekir.

Yoğunluk = Nisbi Yoğunluk (20°C/20°C) .0,998202 g/ml.

Yoğunluk = [(Özgül Ağırlık 20°C/20°C).0,998202 g/ml] –[(Özgül ağırlık-1).0,0012 g/ml]

Nisbi yoğunluk 20°C/20°C = (Özgül ağırlık 20°C/20°C)–[(Özgül ağırlık-1).0,0012g/ml]

0,998202 g/ml = Suyun + 20°C deki yoğunluğu

0,0012 g/ml = Havanın + 20°C deki yoğunluğu

SIVILARDA ÖZGÜL AĞIRLIK (YOĞUNLUK) TAYİNİ:

Bir sıvının 20°C deki yoğunluğu; o sıvının birim hacminin 20°C'deki kütlesidir. Bu değer mililitrede gram olarak ifade edilir.

$$\text{Yoğunluk (d)} = \frac{\text{Mutlak ağırlık (g)}}{\text{Hacim (ml)}}$$

Sıcaklığın yoğunluk üzerine büyük etkisi vardır. Bu nedenle yoğunluk verilirken tayinin kaç derecede yapıldığının bildirilmesi ve +4°C ki suya indirgenip indirgenmediğinin bildirilmesi gerekir. Uluslararası antlaşmalarda özgül ağırlık tayinleri laboratuvar ısısına yakın olduğundan 20°C de yapılmaktadır.

Sıvılarda yoğunluk analizi piknometrik yöntemle özgül ağırlık üzerinden gidilerek aşağıdaki şekilde hesaplanabilir.

1) Piknometre ile Yoğunluk Tayini:

Hassas özgül ağırlık tayinleri piknometre ile yapılır. Piknometre küçük, hafif, belli hacimde ve genellikle camdan yapılmış kaptır. Aynı hacimdeki su ve özgül ağırlığı belirlenecek sıvının belli derecedeki ağırlıkları doğrudan tartılır ve su ve sıvının ağırlıklarının oranı özgül ağırlığı verir.

Piknometrenin Kullanılması:

Piknometrede bulunan suyun ağırlığına o piknometrenin su değeri denir. Piknometrenin su kıymetini bulmak için ilk olarak darası bulunur. Bunun için piknometre sıcak su veya Sülfokromik çözeltisi ile temizlenir. Sonra bir kez alkolle çalkalanır, kurutulur. Hassas terazinin içerisinde 20-30 dakika bırakıldıktan sonra sıfırdan sonraki 4 haneye kadar tartılır. Böylece darası bulunur.

Bundan sonra piknometre damıtık su ile çizgisinin biraz üzerine kadar doldurulur ve su banyosunun içerisinde, su piknometrenin boğazındaki çizginin biraz üzerine gelecek şekilde yerleştirilir ve su banyosu 20°C ye ayarlanır ve piknometre içerisindeki suyun sıcaklığının 20°C ye gelmesi için 30 dakika kadar bırakılır. Sonra boğazının boş kısmından tutarak kıl boru (peçeteden yapılabilir) yardımı ile su seviyesi tam çizgiye getirilir. Çizgiye getirilirken damlacıkların bulunmamasına dikkat edilir. Sonra piknometre silinerek kurulanır. Terazinin yanında laboratuvar sıcaklığına erişmesi için 30 dk bırakıldıktan sonra tartılır.

Örneğin: piknometre darası 19,2875 gram ve su ile tartısı 70,0643 gram ise; piknometrenin su kıymeti 70,0643-19,2875=50,7768 gramdır ve bu değer piknometrenin hacmi demektir.

Daha sonra yoğunluğu tayin edilecek sıvı ile piknometre birkaç kez çalkalanır ve piknometrenin su kıymeti bulunurken yapılan işlemler tekrarlanıp tartım yapılır. Diyelim ki bu tartımda 69,2448 gram çıktı. Bundan piknometre darası çıkarılırsa $69,2448 - 19,2875 = 49,952$ gram olarak sıvının ağırlığı bulunur. Özgül ağırlık $20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}$ 'de;

$$= 49,9573 / 50,7768 = 0,9838 \text{ dir.}$$

Sıvının özgül ağırlığı isteniyorsa aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$d (20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}) = \frac{\text{Sıv. Ağır.}}{\text{Su kıymeti}} = \frac{49.9573 \text{ g}}{50.7768 \text{ g}}$$

Sıvının 20°C ' deki yoğunluğu isteniyorsa aşağıdaki formüle göre hesaplanır.

$$d = (m_1 + A / m_2 + A) \times \rho$$

$M_1 = 20^{\circ}\text{C}$ 'de piknometredeki sıvının kıymeti (kütlesi) (g)

$M_2 = 20^{\circ}\text{C}$ 'de piknometredeki su kıymeti (kütlesi) (g)

$\rho =$ Suyun 20°C 'deki g/ml cinsinden yoğunluğu = **0.998203**

$A =$ Havanın kaldırma kuvveti düzeltmesi = $\rho_a \times M_2$

Burada ρ_a havanın yoğunluğu olup yaklaşık 0.0012 g/ml dir

Sonuçlar virgülden sonra 4 basamağa kadar verilir.

2) Yüzücü Cisimlerle Özgül Ağırlık Tayini (Areometre = Dansimetre)

Prensip

Areometre (Dansimetre) ile yoğunluk ölçme, Arşimet Kanununa dayanmaktadır. Sıvının içine daldırılan bir cisim, suyun içinde kalan kısmına eşit hacimdeki sıvının ağırlığına eşdeğerde bir dirençle karşılaşır. Ağırlıkla, batmaya karşı koyan direncin eşit olduğu anda, batma durur. Bu anda, areometrenin gösterdiği değer okunur..

Arşimet Prensibi: Aerometrelerin esası aynı cismin yüzdüğü bütün sıvılarda aynı ağırlıktaki sıvı ile yer değiştirmesi ilkesine dayanır. Yer değiştiren sıvının ağırlığı hacmine ve yoğunluğuna bağlıdır.

Aynı yüzücü cismin iki sıvıda yer değiştirttiği hacimlere V_1 , V_2 ; sıvıların yoğunluklarına ise d_1, d_2 dersek,

$$V_1 \times d_1 = V_2 \times d_2 \text{ eşitliğinden}$$

$$d_1 / d_2 = V_2 / V_1 \text{ olur.}$$

Aynı yüzücü cisimle değişik sıvıların yer değiştiren hacmi sıvıların yoğunlukları ile ters orantılıdır. Eğer yüzücü cismin üst tarafında belirli çapta bir silindir oluşursa yer değiştiren hacimler cismin batış derinliği ile orantılıdır.

$$d_1 / d_2 = H_2 / H_1$$

Areometreleri kullanırken şu hususlara dikkat etmeliyiz.

- Ölçüme başlamadan önce aerometrenin taksimatlanması incelenmeli ve her çizginin neye karşılık olduğu belirlenmelidir.
- Gerekli sıcaklık düzelmesi yapılmalıdır.
- Aerometre ve kullanılacak silindir temiz olmalıdır.
- Özgül ağırlığı tayin edilecek sıvı berrak olmalıdır. Sıvı içindeki katı cisimler aerometreyi etkileyeceğinden, eğer sıvı bulanık ise durultmaya bırakılır veya süzülür.
- Sıvının konulacağı silindir aerometreye uygun olmalı yani çapı ve boyu serbestçe yüzmesine uygun olmalıdır.
- Aerometre sıvıya yavaşça daldırılmalıdır.
- Okuma, aerometre sabit durduğundan, aerometrenin sapına tırmanmış sıvı kısım dikkate alınmadan sıvı ile göz aynı hizadan yapılmalıdır.

Aerometre Çeşitleri:

Dansimetre: Doğrudan sıvının özgül ağırlığını verir. Sıcaklık düzeltme faktörü her °C için 0,2'dir. Ölçüm yapılırken, sıvının sıcaklığı dansimetrenin üzerinde yazılı olan ayarlandığı sıcaklıktan yüksekse düzeltme okunan değere eklenir, düşükse çıkarılır.

Örnek: Dansimetre ile yapılan okuma 1,0953, ölçüm sırasında sıvının sıcaklığı 22°C'ye dansimetre 17,5°C sıcaklığa ayarlıysa düzeltme;

$$22 - 17,5 = 4,5^\circ\text{C}$$

$$4,5 \times 0,2 = 0,9$$

1,0953 + 0,9/1000 = 1,0962 şeklinde olur.

Öksele: Yoğunluk esası üzerine yapılmıştır. Daha çok üzüm ve meyve şıralarında kullanılır. Düzeltme faktörü her °C için 0,2'dir. Düzeltme, ökselenin ayarlandığı sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda, okunan değere eklenerek, altındaki sıcaklıklarda ise çıkarılarak yapılır.

$$\text{Öksele} = (D-1) \times 1000$$

$$D = \text{Özgül Ağırlık}$$

$$(\text{Öksele}/4) = \% \text{ kurumadde} \quad (\text{Öksele}/4) - 3 = \% \text{ şeker}$$

$$(\text{Öksele}/8) = \% \text{ hacim alkol (ml/100ml)} \quad \text{Öksele}/18 = \% \text{ gram alkol (g/100ml)}$$

Bome: Tuzlu çözeltilerdeki sudaki gram/100 gram tuz miktarını yani %tuz miktarını verir.

Meyve şıralarında kullanılarak

$$\text{Bome derecesi} \times 1,9 = \% \text{ kurumadde}$$

$$\text{Bome derecesi} \times 1,8 = \% \text{ şeker miktarı da bulunabilir.}$$

Bome areometresi yoğunluk ve şekerle göre değil de %10'luk tuzlu suya göre kalibre edilmiştir. Sudan ağır sıvılara ait olan bome areometrelerinin 15°C deki suda battığı yer (0), %10'luk tuz çözeltisinde battığı yere 10 koyularak kalibrasyonu yapılmıştır. Areometrelerde skala 0-10 arasında eşit olarak bölünmüştür ve her bir çizgi %1 tuza (NaCl) denk gelecek şekilde ayarlanmıştır.

Bome derecesinden özgül ağırlığı bulmak için:

S = m/m ± areometre genel formülü kullanılır. Burada (m) modulus bir areometre konstantı olup bome de 15/4°C de 144,3; 15/15°C de 146,3; 60°F/60°F' de 145' dir.

$$\text{Yoğunluğu 1 den büyük olan çözeltiler için} = 144,3 / (144,3 - B)$$

$$\text{Yoğunluğu 1 den küçük olan çözeltiler için} = 144,3 / (144,3 + B)$$

Balling: Sakkarometrede denilir. Saf şeker eriyiklerinde % şeker miktarını, üzüm ve diğer meyve şıralarında % kurumadde miktarını gösterir.

Düzeltme faktörü 0,06'dır. Ballingin ayarlandığı sıcaklığın üzerindeki derecelerde okunan değere düzeltme eklenir, altında ise çıkarılır.

Örnek: Okunan değer 16, Ballingin ayarlandığı sıcaklık: 15

Sıvının sıcaklığı 10°C ise

$$15 - 10 = 5 \times 0,06 = 0,3$$

$$16 - 0,3 = 15,7 \text{ gerçek balling değeri}$$

Düzeltme faktörü her °C derece için 0,06'dır.

Üzüm ve diğer meyve şıralarında çözeltilerde diğer maddeler bulunduğundan gösterdiği rakam 100 g şırada g olarak kuru madde miktarıdır.

Üzüm şıralarında kuru madde içinde şekerden başka maddelerin miktarı %2-4 civarındadır.

Ortalama %3 alınırsa şeker miktarı ballingten 3 çıkarmakla % olarak bulunabilir.

Sudan ağır sıvılarda

Balling = 200 - (200 / 17.5°C de özgül ağırlık)

Brix = 400 - (400 / 15.6°C de özgül ağırlık)

Özgül Ağırlık = 200/ (200- Balling)

Özgül Ağırlık = 400/ (400- Brix)

Brix: Balling gibi saf şeker (sakkaroz) eriyiği üzerine yapılmıştır. Şeker + suda, karışım sırasında meydana gelen hacim değişmesi hesap edilip hakiki oran gram/100 gram olarak daha doğru ifade edilir. Düzeltme faktörü ve düzeltme ballingle aynıdır.

Plato: Daha çok biracılıkta kullanılır. Balling gibi kurumaddeyi gösterir. Ballingle plato arasında, okunan değerler açısından çok az fark vardır.

Salinometre: turşuculukta, salamura sularında kullanılır. Tuzlu su çözeltisinin doyma noktasını gösterir. Doymuş tuz çözeltisi 20°C %26,5 tuz içerir ki bu salinometrelerde % olarak yani % tuz miktarının 4 misli olarak gösterilmiştir. Bu nedenle okunan değer 4'e bölünerek % tuz miktarı bulunabilir.

Alkolimetre: Alkol su karışımlarından % alkol miktarını gösterir. Faktörü 0,18'dir. Düzeltmeler alkolimetrenin ayarlandığı sıcaklığın üzerinde olan derecelerde okunan değerden çıkarılır, altında ise eklenir.

Örnek: Okunan değer 96

Ayarlandığı sıcaklık 15

Sıvının sıcaklığı 20

$20 - 15 = 5$ $5 \times 0,18 = 0,9$

$96 - 0,9 = 95,1$ gerçek alkolimetre değeri

Not: Alkolimetrede rakamlar diğer areometrelerin aksine aşağıdan yukarı doğru yükseldiğinden sıcaklık düzeltmesi diğer areometrelerin tersine yapılır. Yani çözelti sıcaklığı areometre kalibrasyon sıcaklığından yüksekse, sıcaklık düzeltmesi bulunan değerden çıkarılır. Eğer daha düşükse bulunan değere eklenir.

GENEL ASİTLİK TAYİNİ

Genel Asit; meyve suları, şarap ve diğer çeşitli içeceklerde serbest halde bulunan mineral ve organik asitlerin toplamıdır. Genel asit miktarı, analizi yapılan örnekte en fazla bulunan asit cinsinden ifade edilir.

Gerekli Aletler:

- Büret (50 veya 25ml'lik)
- Pipet (10ml'lik pipet)
- Beher veya erlen (100 veya 250ml'lik)

Gerekli Çözeltiler:

- N/10'luk NaOH çözeltisi
- İndikatör (% 0.5'lik fenolftalein çözeltisi)

İşlem:

Analizi yapılacak örneğin CO₂'i uçurulduktan sonra erlene 10ml alınır ve üzerine 20ml damıtık su ve birkaç damla fenolftalein damlatılır. Sonra bürete konan N/10'luk NaOH çözeltisi ile sıvı hafif pembe renk oluncaya kadar titre edilir ve sarfiyat okunur.

Kırmızı şaraplarda renk değişimi zor görüldüğünden titrasyon bitiş noktasını doğru olarak belirleyebilmek için pH metre kullanılmalıdır. Karbondioksiti uçurulan örnekten 10 ml alınır pH-metre pH 8.2'ye kadar N / 10'luk NaOH çözeltisi ile titre edilir ve sarfiyat okunur.

Hesaplama:

Titrasyon asitliği; % asitlik, g / l ve me / l (miliekivalent) olarak ifade edilir.

$$\text{Asitlik(g/L)} = \frac{S \times N \times F \times me}{\text{Kullanılan örnek miktarı}} \times 1000$$

S: Titrasyonda sarf edilen NaOH miktarı (ml)

N: NaOH'in yaklaşık normalitesi

F: NaOH'in faktörü

me: Örnekte hakim olan asitin miliekivalenti.

Me (miliekivalent): 1 litre örneği nötr hale getirecek 1N'lik alkali miktarıdır.(miliekivalent sonucu hakim asitin me'i ile çarpılırsa g / l olarak örnekteki asit miktarı bulunur.)

Örnek:

0.1N NaOH'ten 8.2ml sarf edilirse

1N " " X

$$X = \frac{0.1 \times 8.2}{1} \quad X = 0.82 \text{ ml sarf edilir.}$$

10ml örneğin me'i 0,82 ise

1000ml " " X

$$X = \frac{1000 \times 0.82}{10} \quad X = 82 \text{ me/l sonra hakim asidin Me ile çarpılır.}$$

Adı	Formülü	Molekül ağırlığı	Tesir değeri	Eşdeğer Ağırlığı
Asetik Asit	C ₂ H ₄ O ₂	60	1	60
Laktik Asit	C ₃ H ₆ O ₃	90	1	90
Malik Asit	C ₄ H ₆ O ₅	134	2	67
Tartarik Asit	C ₄ H ₆ O ₆	150	2	75
Sitrik Asit	C ₆ H ₈ O ₇	152	3	64
Sülfürik Asit	H ₂ SO ₄	98	2	49

Normalite: Bir litre çözücüde çözünen maddenin eşdeğer gram sayısıdır. N harfi ile gösterilir ve birimi eşdeğer gram sayısı/ litre dir. Yani bir litre çözücüde çözünen maddenin eşdeğer-gram sayısıdır.

$$N = \text{Eşdeğer gram sayısı} / V$$

$$\text{Eşdeğer gram sayısı} = \text{Molekül ağırlığı} / \text{Tesir değeri}$$

Eşdeğer ağırlık, bir element ya da bileşiğin 1 gr hidrojenle ya da 8 gr oksijenle birleşen veya yer değiştirebilen miktarının ağırlık değeridir. Başka bir deyişle 1 mol elektron ile birleşebilen element miktarıdır. Örneğin, 1,008 atomik ağırlığa ve 1 değerliğine sahip hidrojenin eşdeğer ağırlığı 1,008'dir. Oksijenin değeri 2 ve atomik ağırlığı 15,9994'tür dolayısıyla eşdeğer ağırlığı 7,9997'dir.

Tesir Değeri (TD): Asitlerin ortama verdiği H⁺ iyonu sayısı, bazların ortama verdiği OH⁻ iyonu sayısı, tuzların ise ortama verdiği veya aldığı elektron sayısına tesir değeri denir. Örneğin H₂SO₄ için bu değer 2 dir. Çünkü sülfürik asit 2 tane H⁺ iyonunu sulu çözücüsüne verebilir.

Olgunluk Katsayısı: Öksele/Asitlik

(kırmızı şaraplarda 13,6 ile 14,7 arasında olması istenir, beyaz şaraplarda ise 15,1 i geçmesi istenmez)

Faktör Tayini

Faktör: Normalitesi tam olmayan çözelti hacmini, normalitesi tam olan çözelti hacmine çevirmek için çarpılması gereken sayıdır. Faktör 1'den büyük ise çözeltinin konsantrasyonu istenilen normaliteden yüksek, 1'den küçük ise çözelti daha seyreltiktir demektir.

Çözelti faktörünün Katı primer standart madde ile belirlenmesi:

Uygun standart çözeltinin uygun tartımı bir miktar saf suda çözündürülerek ve uygun bir indikatör katılarak faktörü belirlenecek çözelti ile titre edilir. Titrasyon işlemi en az iki veya üç kez tekrarlanarak ortalaması alınır. Paraleller arasında 0,2 ye kadar fark normal kabul edilir. Aksi halde titrasyon yenilenir. Daha sonra çözeltinin faktörü aşağıdaki formül yardımı ile hesaplanır.

$$F = \frac{T}{S \times N \times Me}$$

F: Çözelti Faktörü

T: Primer standart madde tartımı(g)

S: T tartımdaki maddenin titrasyondaki sarf edilen çözelti hacmi (ml)

N: Çözeltinin Normalitesi

Me: Titre edilen primer standart maddenin milieşdeğer gramıdır (okzalik asidin Me: 0,063)

0,1 N NaOH çözeltisinin faktör tayini için;

0,2-0,3 gram arasında oksalik asit tartılır ve üzerine 20 ml saf su ilave edilir. Ve hazırlanmış 0,1 N NaOH çözeltisi ile titre edilir. Sarfıyat belirlenir ve yukarıda verilen formül ile hesaplanır.

UÇAR ASİT TAYİNİ

Gerekli Aletler:

- Buharlı damıtma cihazı

Gerekli çözeltiler:

- N/10 NaOH çözeltisi
- Fenolftalain çözeltisi
- HCl
- N / 100 iyot çözeltisi
- Nişasta çözeltisi
- KI
- Doymuş boraks çözeltisi

İşlem:

Bir pipetle 10 ml CO₂'i alınmış şarap çekilerek damıtma balonuna konur. Buhar yapıcı balona damıtık su doldurulur ve alet kurulduktan sonra, soğutucu çalıştırılmaya başlanır. Bundan sonra, buhar kaynağı ve damıtma balonunun altındaki ocaklar yakılır ve her ikisi de kaynatılır. Ocaklar önce, damıtma balonundaki şarabın yarısı geçecek şekilde ayarlanır. Daha sonra, damıtma boyunca balonda şarabın aynı hacimde kalmasına dikkat edilerek, 12 – 15 dakika içerisinde toplama kabında 250 ml damıtık toplanıncaya kadar damıtmaya devam edilir.

Toplama kabındaki damıtık 2 damla % 0.1'lik fenolftalein ilave edilerek, N / 10 NaOH ile titre edilir. Harcanan N / 10 NaOH miktarı **n** ml olsun.

Titrasyonun bitiminden hemen sonra, bir damla saf HCl ilave edilerek, ortam asitlendirilir. Bundan sonra, 2 ml nişasta çözeltisi ve biraz KI kristali ilave edilerek, N / 100'lük iyot çözeltisi ile titre edilir. Harcanan iyot çözeltisi miktarı **n¹** ml olsun.

Daha sonra, 20 ml doymuş boraks çözeltisi ilavesi ile çözeltinin rengi soluk pembeye dönüşür. Tekrar N / 100'lük iyot çözeltisi ile nişastanın mavi rengine kadar titre edilir. Harcanan iyot çözeltisi miktarı **n^{II}** ml olsun.

Uçar asit miktarı = $5(n - n^1/10 - n^{II}/20)$ miliekivalent/ L olacaktır. Eğer sonuç 0,06 (asetik asidin milieş değeri) ile çarpılırsa sonuç g/L olarak elde edilir.

ŞARAPLARDA SO₂ TAYİNİ

Şaraplarda SO₂'nin antiseptik ve antioksidan etkisinden dolayı kullanılması çok eskilere kadar uzanır.

SO₂ nin H₂SO₃ (Dihidrojen Sülfür) ve HSO₃⁻ (hidrojen sülfür) formları şıranın veya şarabın serbest kükürtdioksit içeriğini oluşturur. Uygun pH ve sıcaklık koşullarında bu iki form arasında bir denge söz konusudur. $H_2SO_3 \leftrightarrow H^+ + HSO_3^-$

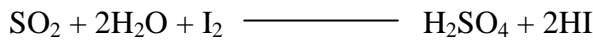
H₂SO₃ şırada ve şaraptaki moleküler SO₂'i temsil eder.

Toplam SO₂ şaraptaki tüm SO₂ formlarının toplamı olarak ifade edilir. Yani toplam SO₂ hem serbest haldeki hem de bağlı haldeki SO₂ nin toplamıdır.

Şaraba katılan SO₂ kısa sürede asit aldehit, şeker ve poli fenoller gibi çeşitli bileşiklere bağlanır. SO₂ bağlı halde doğrudan doğruya iyot ile okside olmaz. Ancak katılan miktar yeterli olduğu takdirde, 1 miktar SO₂ serbest kalır ve bu kısım iyot ile doğrudan doğruya okside olabilir. Şarapta serbest SO₂ ile bağlı SO₂ arasında bir denge vardır. Serbest SO₂'deki herhangi bir artış veya azalış, bağlı SO₂'de de aynı sonucu doğurur. Bu denge ortamın pH'sı ve sıcaklığı ile yakından ilgilidir.

Şarapta antiseptik özelliğe ve oksidasyonu önleyici etkiye yalnız serbest haldeki SO₂ sahiptir. Bağlı haldeki SO₂ bu özelliklerini kaybetmiştir. Bu nedenle şaraptaki serbest ve bağlı SO₂ miktarlarının bilinmesi şarabın kalitesi ve dayanıklılığı hakkında bir fikir edinmek için çok önemlidir. Şaraptaki SO₂ miktarı mg/l olarak ifade edilir.

SO₂ tayininin esası, aşağıda görüldüğü gibi bu maddenin iyot ile oksidasyonuna dayanır.



SO₂ nin Özellikleri

- Antiseptik Özelliği
- Durultucu Özelliği
- Antioksidan ve antioksjen özelliği
- Asit artırıcı özelliği
- Çözücü Özelliği

SO₂ nin şarabın üzerine olumlu etkileri:

SO₂ nin şarabın üzerine olumsuz etkileri:

SO₂ Tayini Kimyasal Yöntem

Gerekli Aletler:

- Büret (25 veya 50 ml.lik)
- Pipet (5, 10, 25 ve 50 ml.lik)
- Erlen (500 ml.lik)

Gerekli Çözeltiler:

- 0.025 M İyot Çözeltisi
- 4 M NaOH Çözeltisi (160 g/l)
- EDTA (C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂.2H₂O)
- H₂SO₄ Çözeltisi (yoğunluk: 1,84 g/ml) (1:10 h/h)
- % 0,5'lik Nişasta Çözeltisi : 5 g nişasta 500 ml saf su ile karıştırılır. Çözelti kaynatılır ve nişasta çözündürülür. Daha sonra, çözelti 10 dakika bekletilir. 200 g NaCl ilave edilir ve karıştırılarak çözündürülür. Çözelti soğuduktan sonra, saf su ile litreye tamamlanır.

Serbest SO₂ Analizi

50 ml şarap, 5 ml nişasta çözeltisi, 30 mg EDTA ve 3 ml H₂SO₄ çözeltisi 500 ml'lik erlen içerisine konur. Erlen içeriği karıştırılır ve hemen 0.025 M iyot ile mavi renk oluşuncaya kadar titrasyon yapılır. Oluşan mavi rengin 10-15 dakika değişmeden kalması beklenir. İyot ile titrasyonda elde edilen sarfiyat **n** ml olarak kaydedilir.

Toplam SO₂ Analizi

Serbest SO₂'deki işleme devam edilir. 8 ml 4 M NaOH'tan erlene ilave edilir, bir kez karıştırılır ve 5 dakika beklenir. Bu süre sonunda erlen içeriği tekrar karıştırılır ve üzerine 10 ml H₂SO₄ çözeltisi ilave edilir. Daha sonra, 0,025 M iyot ile titrasyon yapılır ve titrasyonda elde edilen sarfiyat **n'** ml olarak kaydedilir.

20 ml 4 M NaOH'ten erlene ilave edilir, bir kez karıştırılır ve 5 dakika beklenir. Daha sonra, erlen içeriği bir kez iyice karıştırılır ve üzerine 30 ml H₂SO₄ ve 200 ml soğutulmuş saf su ilave edilir. Çözelti 0,025 M iyot ile titre edilir ve sarfiyat **n''** ml olarak kaydedilir.

Hesaplama:

Serbest SO₂ (mg/l) : 32.n

Toplam SO₂ (mg/l) : 32 (n+n'+n'')

NOT:

1) Kırmızı şaraplarda SO₂ miktarı düşük ise 0,025 M iyot yerine 0,01 M iyot kullanılır. Hesaplama 32 katsayısı yerine, 12,8 kullanılır.

2) Kırmızı şarap analizinde, titrasyondaki dönüm noktasını daha iyi tespit etmek için titrasyon sırasında erlenin altından ışıkla aydınlatma yapılır. Ayrıca, Titrasyon işleminin karanlık odada yapılması önerilir.

3) Özellikle Serbest SO₂'in belirlenmesi gerekiyorsa, Örnek anaerobik koşullarda 20° C'de 2 saat bekletilir.

ŞARAPLARDA SO₂ TAYİNİ (DAMITMA YÖNTEMİ)

Toplam SO₂ Tayini :

Gerekli Aletler:

- Frantz Paul SO₂ tayin cihaz
- Pipet (10,20, 50 ml)

Gerekli Çözeltiler:

- Saf metanol
- Fosforik Asit (%25'lik)
- %3'lik H₂O₂
- N/100'lük NaOH
- Karışık İndikatör (Metil kırmızı – Metilen mavisi)

* 0,1 g metil kırmızısı + 0,05 g metilen mavisi, %50'lik etil alkolle 100ml'ye tamamlanır.

Serbest kükürt dioksit

- 2-3 ml hidrojen peroksit çözeltisi ve 2 damla indikatör armudi balona alınır ve 0,01M NaOH çözeltisi ile nötralize edilir. Sonra Armudi balon aparata bağlanır.
- 100 ml lik balon jöjeye 10 ml örnek ve 5 ml fosforik asit çözeltisi alınır ve balon aparata bağlanır.
- 10 dakika boyunca yaklaşık 40 litre/saat (dakikada 10-12 baloncuk) akış hızı ile azot gazı ya da hava geçirilir. Serbest SO₂ sülfürik aside oksitlenir. Bir taraftan da sistemde vakum pompası çalıştırılır ve sistem vakum altındadır.
- 10 dakika sonra armudi balon aparattan çıkarılır ve 0,01 M NaOH ile titrasyonu yapılır. Harcanan miktara n denir.
- Serbest kükürt dioksit=32*n (mg/L)

Bağlı Kükürt Dioksit Tayini

- Serbet kükürtdioksit tayini bittikten sonra, armudi balon tekrardan hazırlanır. Ama örnek bulunan balon jöje ile analize devam edilir.
- 2-3 ml hidrojen peroksit armudi balona alınır, 2 damla indikatör ilave edilir ve 0,01 M NaOH ile nötralize edilir. Sonra aparata bağlanır.
- İçerisinde örnek olan balon jöjeye 4-5 cm yükseklikten direkt alev uygulanır. Kaynama sağlanır.

- 10 dakika boyunca yaklaşık 40 litre/saat akış hızı (dakikada 10-12 baloncuk) ile azot gazı ya da hava geçirilir. Serbest SO₂ sülfürik aside oksitlenir. Bir taraftan da sistemde vakum pompası çalıştırılır ve sistem vakum altındadır.
- Oluşan sülfürik asit miktarı 0,01M NaOH ile titre edilir. Harcanan NaOH miktarına n' denir.
- Hesaplama: Bağlı kükürtdioksit miktarı= 32* n'

Toplam Kükürtdioksit miktarı= (n+ n')*32

- **Not:** Sülfür dioksit miktarı düşük olduğu tahmin ediliyor ise 250 ml lik balon jöjeye 25 ya da 50 ml örnek alınır. Eğer 25 ml örnek alınmışsa sonuç 12,8 ile çarpılır. Eğer 50 ml örnek alınmışsa sonuç 6,4 ile çarpılır.

Toplam SO ₂		Serbest SO ₂
Beyaz	300 mg/l	50 mg/l
Pembe	300 mg/l	50 mg/l
Kırmızı	200 mg/l	30 mg/l

MALİK ASİT TAYİNİ

Bu bir ayırma yöntemidir.Çeşitli maddeleri hareketli bir faz yardımıyla, sabit bir faz üzerinde değişik hızlarla hareket etmeleri veya sürüklenmeleri esasına dayanır. Aromatografi ile başka yöntemlerle birbirinden ayrılması çok zor olan maddeler saf olarak birbirinden ayrılabilir.

Kromatografi çeşitleri:

- a. Adsorbsiyon Kromatografisi
- b. Dağılma Kromatografisi
- c. İyon Değiştirme Kromatografisi
- d. Gaz Kromatografisi
- e. İnce Tabaka Kromatografisi
- f. Kağıt Kromatografisi

Kağıt Kromatografisi

Bakterilerin neden olduğu bu fermantasyonun bittiği , kağıt üzerinde malik asitin yok olması ile anlaşılır. Bu analitik metotta , standart asit çözeltileri kullanılarak kağıt üzerinde beliren bir aside ait olan beneklerin temel hat çizgisine uzaklığına oranı ile belirlenir.

Bu yöntemde öncelikle standart asit çözeltileri hazırlanır ve buradan bu bir asidin sürüklenme derecesi (Rf) değerleri belirlenir ve daha sonra aynı işlem şarap örnekleriyle gerçekleştirilir.

Kağıt kromatografisinin en büyük avantajı oldukça basit ve ekonomik olmasıdır.

Bu analiz başlıca 7 aşamada gerçekleştirilir.

Bunlar:

1. Kromatografi kağıdının hazırlanması,
2. Çözücünün hazırlanması ve standartların kağıda emdirilmesi,
3. Örneğin hazırlanması,
4. Örneğin kağıda emdirilmesi,
5. Kağıdın çözelti içerisine yerleştirilmesi ve kağıt üzerine taşınması,
6. Taşıma bittikten sonra kağıdın kurutulması,
7. Kağıt üzerinde açığa çıkan beneklerin tanıtılması ve tayin edilmesi.

Kullanılan Aletlerin ve Çözeltilerin Hazırlanması

- Silindir veya dikdörtgen şeklinde ağzı kapatılabilen cam kap
- Kromatografi kağıdı

• %1'lik Brom fenol mavisi: 100ml bütanol içerisine soğukta 0.1 g brom fenol mavisi çözüdürülür.

• %50'lik Asetik asit: 50 ml damıtık su 50 saf asetik asit üzerine ilave edilir.

• Malik asit : 85 ml suda 0.1 g malik asit çözüdürülür ve içerisine 15 ml %95'lik alkol ilave edilir.

Analizin Yapılışı:

• Whatmann kağıdının boyu 20 x 30 cm olacak şekilde kesilir.

• Kalemle kağıdın uzun kenarı boyunca yaklaşık 2.5 cm yukarıdan bir paralel çizilir.

• Şarap örneği veya standart çözülden 40 ml alınır (mikropipet veya mikro enjektör ile) ve daha önce çizilen hat üzerinde iki örnek arasında 3 cm boşluk bırakacak şekilde yavaş yavaş emdirilir. Örneğin kağıda emdirilmesi sırasında örnek kağıda 4 aşamada ve her bir aşamada örneğin kurutulması sağlanarak gerçekleştirilir ve emdirilen örneğin alt kısmına kod numarası yazılır. Kağıt üzerinde örnekler tamamen kurutulduktan sonra kağıt yarım ay şekline getirilir ve arkadan telle tutturularak bu şekilde sabit kalması sağlanır.

Diğer taraftan silindir şeklindeki cam kap içerisine 50ml bromfenol bütanol çözeltisi ile 20ml asetik asit çözeltisi karıştırılır ve cam tüp içerisine konulur. Daha sonra önceden hazırlanmış olan kağıt, silindir içerisine dik olacak şekilde yerleştirilir (Örnek emdirilmiş kısmı solvent içinde) ve cam kabın ağzı kapatılır. Cam kap 20°C'lik bir odada 6-8 saat bırakılır. Çözgenin kağıt üzerinde yaklaşık 15 cm ilerlemesini sağlayacak veya üstten 1cm kalıncaya kadar çözgen hareket ettirilir.

Bu süreden sonra kapak açılır ve kromatogram dışarı çıkartılır, kurutulur, sonunda asitler sarı benekler halinde zemin ise mavi renge döner ortaya çıkan sarı asit değerleri aşağıdaki R_F değerlerine sahiptir:

Tartarik asit.....0.28

Sitrik asit.....0.45

Malik asit.....0.51

Laktik asit.....0.78

NOT:

R_F Değeri: Bir maddenin hareketli faz ile sürüklenmesi farklı farklıdır. Buna sürüklenme derecesi (alıkonma faktörü) denir ve R_F ile gösterilir.

$$R_F = \frac{\text{Maddenin cm olarak taşındığı mesafe}}{\text{Çözücünün cm olarak taşındığı mesafe}}$$

İNDİRGEN ŞEKER TAYİNİ

1. AMAÇ

Alkollü içkilerde keton veya aldehit fonksiyonu gösteren tüm indirgen şekerlerin miktarlarının belirlenmesi.

1. APARATLAR VE REAKTİFLER

APARATLAR

- Geri soğutmalı kaynatma düzeneği
- Şilifli erlen 250 ml lik
- Kapaklı balon joje 100 ml lik
- Büret 50 ml lik

REAKTİFLER

- **Carrez I Çözeltisi** : 15 g potasyum ferrosiyanür $-K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ – p.a. 100 ml lik ölçü balonunda bir miktar saf su ile çözündürüldükten sonra balon suyla çizgisine tamamlanır.
- **Carrez II Çözeltisi** : 30 g çinko sülfat ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) p.a. 100 ml lik ölçü balonunda bir miktar saf su ile çözündürüldükten sonra balon suyla çizgisine tamamlanır.
- **Luffsche Çözeltisi** : 25 g bakır (II) sülfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) p.a.yaklaşık 100 ml saf suda çözündürülür. 50 g sitrik asit ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) p.a. başka bir balonda ve yaklaşık 200 ml saf suda 40-50 °C'ye getirilerek çözündürülür. Başka bir balonda da 143.7 g susuz sodyum karbonat 400 ml saf suda ve yine 40-50 °C'ye ısıtılarak çözündürülür. Sitrik asit ve sodyum karbonat çözeltileri 20 °C'ye soğutulduktan sonra sitrik asit çözeltisi kısım kısım sodyum karbonat çözeltisine katılır. Bu sırada şiddetli köpük oluşumu söz konusu olduğundan karıştırma işleminin dikkatli ve mümkün olduğunca küçük kısımlar halinde yapılması gerekir. Bakır (II) sülfat ve sitrik asit-sodyum karbonat çözeltileri litrelik ölçü balonuna toplanır. Litrelik balon 20 °C'de saf su ile çizgisine tamamlanır. İyice karıştırıldıktan sonra çözelti filtre edilir. Ağzı iyi kapatılarak korunan çözelti uzun süre dayanıklıdır.

- **Potasyum İyodür Çözeltisi** : 30 g potasyum iyodür p.a. 100 ml lik ölçü balonunda bir miktar saf su ile çözündürülür ve balon saf su ile çizgisine tamamlanır.
- **Sülfürik Asit Çözeltisi** : Sülfürik asit p.a. % 25'lik çözelti elde edilecek şekilde seyreltilir.
- **Dayanıklı Nişasta Çözeltisi (%1'lik)** : 100 ml lik bir ölçü balonuna 1 g suda çözünebilir nişasta tartılır ve üzerine ilave edilecek çok az miktarda saf su ile bulamaç haline getirilir. Yaklaşık 90 ml sıcak su ilave edilir ve nişastanın tamamı çözününceye kadar kaynatılır. Soğutulduktan sonra 5 ml 1-n-NaOH katılır ve saf su ile 100 ml'ye tamamlanır.
- **Sodyum Tiyosülfat Çözeltisi** : 1 litre saf su en az 5 dakika kaynatılır. Soğutulduktan sonra 25 g katı sodyum tiyosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) p.a. çözülür ve 0,2 g Na_2CO_3 eklenir. Katı tam çözünene kadar karıştırılır ve kaynamış soğutulmuş su ile 1 litreye tamamlanır. Çözeltinin dayanıklılığını artırmak için içine % 1'lik amil veya izobütil alkol ilave edilir ve faktör tayini için çözelti karanlıkta 1 hafta kullanılmadan bekletilir.

Faktör Tayini

Yeterli miktarda potasyum iyodat (KIO_3) p.a. kurutma fırınında ve maksimum 150 °C'de sabit ağırlığa kadar kurutulur. 0.1427 g potasyum iyodat tartılır ve 250 ml lik erlende 25 ml saf su içinde çözündürülür. Erlen içeriğine 2 g potasyum iyodür katılır ve çözününceye kadar karıştırılır. Daha sonra erlen içeriğine 10 ml 1-n-HCl ilave edilir ve bekletilmeksizin faktörü tayin edilecek sodyum tiyosülfat ile titrasyona başlanır. Titrasyonun bitim noktasına yakın bir aşamada ortama 0.5 ml dayanıklı nişasta çözeltisi ilave edilir. Mavi renk kaybolunca titrasyona son verilir. Titrasyondaki sodyum tiyosülfat miktarı (a) kaydedilir. 0.1427 g potasyum iyodat 40 ml 0.1-n-sodyum tiyosülfat ile reaksiyona girer. Sodyum tiyosülfatın faktörü (f) aşağıdaki formül ile hesaplanır.

$$f = 40/a$$

- **Hidroklorik Asit** : Konsantre (% 35-37) p.a.
- **Fenolftalein Belirteci** : % 0.1'lik ve etanolde hazırlanmış.
- **Glacial (Buzlu) Asetik Asit** : Konsantre (% 96).

4. PROSEDÜR

Örneğin Analize Hazırlanması

Bu yöntem en çok 0.8 g/100 ml oranında şeker içeren örneklerde uygulanabildiğinden daha yüksek oranda şeker içeren örneklerin seyreltilmesi gerekir. Analizi yapılacak olan içkilerde ve bunların üretiminde kullanılan hammaddelerde uygulanacak seyreltme oranları Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Seyreltme oranları ve faktör değerleri

A Örnekteki Şeker Miktarı (g/100 ml)	B Ölçü Balonunun Hacmi (ml)	C Alınacak Örnek Miktarı (ml)	D Faktör	E Uygulanabilecek İçkiler
0-0.8 g	Seyreltilmez		0.016	Rakılar, Votka ve Kanyak
0.8-2.0 g	50	20	0.04	Cin ve Turunç Likörü
2.0-4.0 g	100	20	0.08	Sek Vermut
4.0-10.0 g	250	20	0.2	Bindallı ve Kınakına Likörleri
10.0-18.0 g	250	10	0.4	Ahududu, Çilek, Kayısı, Mandalina, Vişne, Altın Beğendik likörleri ve Vermut
18.0-36.0 g	500	10	0.8	Moka, Portakal, Limon, Kakao, Muz, Nane ve Gül Likörleri
36.0-72.0 g	1000	10	1.6	Şurup ve Kuru Üzüm

Seyreltme oranını saptamak için örnekte olabilecek şeker miktarı çizelgenin A sütunundan bulunur. B sütununda belirtilen hacimde ölçü balonuna C sütununda belirtilen miktarda örnek pipetlenir ve balon suyla çizgisine kadar tamamlanır.

Durultma ve Rengini Alma

100 ml’lik ölçü balonuna seyreltilmiş örnekten 25 ml pipetlenir. Balona 50 ml su ilave edilir. 5 ml Carez I çözeltisi ilave edildikten sonra balon içeri alt üst edilmeksizin hafifçe karıştırılır. Bu işlemden sonra balona bu kez 5 ml Carez II çözeltisi ilave edilir ve balon yine alt üst edilmeksizin iyice karıştırılır. Daha sonra balon suyla çizgisine kadar tamamlanır ve 10 dakika beklemeye bırakılır. Bu süre sonunda balon içeriği süzülür. Süzüntünün berrak olması gerekir.

Ölçüm

250 ml'lik şilifli bir erlene 25ml Lufse çözeltisi pipetlenir. Lufse çözeltisinin her zaman aynı pipetle çekilmesi gerekir. Durultma ve renk giderme işleminden sonra elde edilen berrak süzütüden pipetlenen 25 ml örnek Lufse çözeltisinin üzerine ilave edilir. Erlen geri soğutucuya takılır ve aspest tel üzerinde 2 dakika şiddetli alevde kaynatılır. Sonra alev kısılarak 10 dakika daha kaynaması sağlanır. Bekletilmeksizin geri soğutucudan çıkarılan erlen içeriği hemen 20 °C'ye soğutulur. Erlene 10 ml potasyum iyodür çözeltisi ilave edilir. 25 ml sülfürik asit çözeltisi çok yavaş ve dikkatlice erlene ilave edilir. Bu sırada oluşan CO₂'den ileri gelebilecek taşmaya karşı duyarlı olmak gerekir. Bu işlemden sonra erlen içeriğine 2 ml nişasta çözeltisi ilave edilir. Erlen içeriğindeki hareketin sona ermesi beklenir. Erlen içeriği soydum tiyosülfat ile beyaz-gri-bej renklerinin karışım rengi sayılabilecek krema rengine kadar titre edilir ve sarfiyat kaydedilir. Yeni hazırlanan her Lufse çözeltisiyle yapılan ilk şeker analizinde, hazırlanmış olan Lufse çözeltisinin sodyum tiyosülfata karşı faktörünün saptanması gerekir. Bunun için 250 ml'lik şilifli erlene 25 ml Lufse çözeltisi ve 25 ml su pipetlenerek bir tanık hazırlanır. Bu tanıkta, yukarıda örnek için açıklanan işlemlerin aynısı uygulanır ve titrasyonda safedilen sodyum tiyosülfat miktarı faktör olarak Lufse çözeltisinin üzerine kaydedilir.

5. HESAPLAMA

Örneğin sodyum tiyosülfat ile titrasyonunda saptanan sarfiyat, Lufse çözeltisinin üzerinde yazılı olan faktörden çıkarılır. Çıkarma işlemi sonunda bulunan değer karşılığı olan mg şeker miktarı Çizelge 2'den okunur. Ayrıca Çizelge 1'den seyreltme ile ilgili faktör değeri bulunur ve Çizelge 2'den okunan mg şeker miktarı ile çarpılır. Bulunan değer g/100 ml şeker miktarıdır.

6. ARA KONTROL

7. REFERANS

Official Journal of the European Communities, 1990.

8. REVİZYON DURUMU

Revizyon No: 0, İlk yayın: 01.01.2007

TOPLAM ŐEKER TAYİNİ

1. AMAÇ

Alkollü içkilerde inversiyon işlemleri uygulanmasıyla keton veya aldehit fonksiyonu gösteren tüm indirgen şekerlerin miktarlarının belirlenmesi.

2. APARATLAR VE REAKTİFLER

APARATLAR

AL-İÇ-LAB-(İNDİRGEN ŐEKER TAYİNİ)... 'da kullanılan tüm aparatlar

REAKTİFLER

AL-İÇ-LAB-(İNDİRGEN ŐEKER TAYİNİ)... 'da kullanılan tüm reaktifler.

3. PROSEDÜR

Örneğin Analize Hazırlanması

AL-İÇ-LAB-... 'da açıklanan aparatlarla örnek içerdiği şeker oranına göre Çizelge 1 'de belirtilen oranda seyreltilir.

Çizelge 1. Seyreltme oranları ve faktör değerleri

A	B	C	D	E
Örnekteki Şeker Miktarı (g/100 ml)	Ölçü Balonunun Hacmi (ml)	Alınacak Örnek Miktarı (ml)	Faktör	Uygulanabilecek İçkiler
0-0.8 g	Seyreltilmez		0.064	Rakılar, Votka ve Kanyak
0.8-2.0 g	50	20	0.16	Cin ve Turunç Likörü
2.0-4.0 g	100	20	0.32	Sek Vermut
4.0-10.0 g	250	20	0.8	Bindallı ve Kınakına Likörleri
10.0-18.0 g	250	10	1.6	Ahududu, Çilek, Kayısı, Mandalina, Vişne, Altın Beğendik likörleri ve Vermut
18.0-36.0 g	500	10	3.2	Moka, Portakal, Limon, Kakao, Muz, Nane ve Gül Likörleri
36.0-72.0 g	1000	10	6.4	Şurup ve Kuru Üzüm

Seyreltme oranını saptamak için örnekte olabilecek şeker miktarı çizelgenin A sütunundan bulunur. B sütununda belirtilen hacimde ölçü balonuna C sütununda belirtilen miktarda örnek pipetlenir ve balon suyla çizgisine kadar tamamlanır.

Durultma ve Rengini Alma

100 ml'lik ölçü balonuna seyreltilmiş örnekten 25 ml pipetlenir. Balona 50 ml su ilave edilir. 5 ml Carez I çözeltisi ilave edildikten sonra balon içeriği alt üst edilmeksizin hafifçe karıştırılır. Bu işlemden sonra balona bu kez 5 ml Carez II çözeltisi ilave edilir ve balon yine alt üst edilmeksizin iyice karıştırılır. Daha sonra balon suyla çizgisine kadar tamamlanır ve 10 dakika beklemeye bırakılır. Bu süre sonunda balon içeriği süzülür. Süzüntünün berrak olması gerekir.

İnversiyon (Hidroliz)

Uygun bir erlene durultulmuş ve rengi giderilmiş örnekten 25 ml pipetlenir ve üzerine 25 ml su ilave edilerek seyreltilir. Erlen, 67-70 °C sıcaklığa ayarlanmış bir su banyosuna yerleştirilir. Erlen içeriğinin sıcaklığı su banyosunun sıcaklığı ile aynı olması için 5 dakika beklenir. Bu süre sonunda örneğe 5 ml HCl (% 35-37'lik) ilave edilir ve döndürülerek karıştırıldıktan sonra 5 dakika daha su banyosunda bekletilir. Daha sonra su banyosundan alınan erlen musluk suyu altında 20 °C'ye soğutulur. Soğutma işleminden sonra erlen içeriğine bir damla fenolftalein ilave edilir ve erlen içeriği % 30'luk KOH ile pembe renge kadar titre edilir. Titrasyon bittikten sonra bir damla glacial asetik asit erlen içeriğine damlatılır ve pembe rengin kaybolması sağlanır. Titrasyondan sonra erlen içeriği 100 ml'lik bir ölçü balonuna yıkanarak alınır ve balon su ile çizgisine kadar tamamlanır.

Ölçüm

250 ml'lik şilifli bir erlene 25ml Lufse çözeltisi pipetlenir. Lufse çözeltisinin her zaman aynı pipetle çekilmesi gerekir. Durultma ve renk giderme işleminden sonra elde edilen berrak süzüntüden pipetlenen 25 ml örnek Lufse çözeltisinin üzerine ilave edilir. Erlen geri soğutucuya takılır ve aspest tel üzerinde 2 dakika şiddetli alevde kaynatılır. Sonra alev kısılarak 10 dakika daha kaynaması sağlanır. Bekletilmeksizin geri soğutucudan çıkarılan erlen içeriği hemen 20 °C'ye soğutulur. Erlene 10 ml potasyum iyodür çözeltisi ilave edilir. 25 ml sülfürik asit çözeltisi çok yavaş ve dikkatlice erlene ilave edilir. Bu sırada oluşan CO₂'den ileri gelebilecek taşmaya karşı duyarlı olmak gerekir. Bu işlemden sonra erlen içeriğine 2 ml nişasta çözeltisi ilave edilir. Erlen içeriğindeki hareketin sona ermesi beklenir. Erlen içeriği soydum tiyosülfat ile beyaz-gri-bej renklerinin karışım rengi sayılabilecek krema rengine kadar titre edilir ve sarfiyat kaydedilir.

5. HESAPLAMA

Örneğin sodyum tiyosülfat ile titrasyonunda saptanan sarfiyat, Lufse çözeltisinin üzerinde yazılı olan faktörden çıkarılır. Çıkarma işlemi sonunda bulunan değerin karşılığı olan mg şeker miktarı AL-İÇ-LAB...’da verilen Çizelge 2 üzerinden okunur. Ayrıca Çizelge 1’den seyreltme ile ilgili faktör değeri bulunur ve Çizelge 2’den okunan mg şeker miktarı ile çarpılır. Bulunan değer g/100 ml şeker miktarıdır.

İnversiyon öncesi şeker miktarına (a), inversiyon sonrası şeker miktarına (b) denirse, sakaroz ve toplam şeker miktarları şu şekilde hesaplanır.

$$\text{Sakaroz miktarı} = (b-a) \times 0.95 \quad \text{Toplam Şeker miktarı} = \text{Sakaroz miktarı} + a$$

6. ARA KONTROL

7. REFERANS

Official Journal of the European Communities, 1990.

8. REVİZYON DURUMU

Revizyon No: 0, İlk yayın: 01.01.2007.

TOPLAM FENOLLER

Prensip:

Şarapta bulunan bütün fenol bileşikleri Folin-Ciocalteu reaktifi ile okside olurlar. Bu reaktif fosfotungstik asit ($H_3PW_{12}O_{40}$) ve fosfomolibdik asit ($H_3PMo_{12}O_{40}$) karışımından oluşur. Bu karışım, fenollerin okside olmasıyla, mavi renkli tungsten oksit (W_8O_{23}) ve molibdenim oksit (Mo_8O_{23}) karışımına indirgenir. Bu mavi renk 765 nm de maksimum absorbansın oluşmasını sağlar. Okunan absorbans değeri toplam fenol miktarı ile orantılıdır. Gallik asit çözeltisi ile hazırlanan kalibrasyon eğrisinden örneğin absorbans değerine karşılık gelen miktar mg/l gallik asit eşdeğeri olarak hesaplanır.

Folin-Ciocalteu çözeltisi

Altı yuvarlak ve içinde 700 ml damıtık su bulunan 2 litre hacimli bir balona 100 g Sodyum Tungstat ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) ve 25 g Sodyum Molibdat ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) çözündürülür. İçerisine % 85'lik 50 ml Fosforik Asit ve 100 ml Konsantre Hidroklorik asit ilave edilir ve geri soğutucu altında 10 saat kaynatılır. Kaynatma kesikli yapılabilir. Kaynatma işlemi sonunda geri soğutucu 50 ml su ile yıkanır üzerine 150 g Lityum Sülfat monohidrat ve bir kaç damla bromin ilave edilir ve bir çeker ocakta 15 dakika kaynatılır. Son renk az miktarda dahi mavi veya yeşil renk içermeyen sarı renkte olmalıdır. Çözelti soğutulur, 1l'lik balona aktarılır, su ile hacmine sulandırılır, filtre edilir ve amber renkli şişede saklanır.

Sodyum Karbonat Çözeltisi:

800ml su içerisine 200g susuz sodyum karbonat kaynatılarak çözündürülür. Oda sıcaklığında soğutulur, birkaç tane sodyum karbonat kristali ile çekirdeklendirilir ve 24 saat sonra filtre edilerek 1 litreye tamamlanır.

Fenol Stok Çözeltisi:

100ml'lik bir balondaki 10 ml etil alkol içerisinde 0.5 g kuru gallik asit çözündürülür ve su ile hacmine tamamlanır.

Grafik Çizimi ve Analiz:

Kalibrasyon Eğrisinin Oluşturulması

100ml hacimli balonlara fenol stok çözeltisinden 0, 1, 2, 3, 5, 10 ml konulur ve her biri su ile hacmine tamamlanır. Bu çözeltilerin fenol konsantrasyonları sırasıyla (Gallik asit eşdeğeri olarak hesaplandı) 0, 50, 100, 150, 250 ve 500 mg/l'dir.

Analizin Yapılışı

Aynı sayıda 100'er mL'lik balonlara her çözeltilerden 1'er ml konular, üzerine 60 ml su ilave edilir, karıştırılır ve 5ml Folin-Ciocalteu çözeltilisi konulduktan sonra tekrar iyice karıştırılır 30 saniye sonra 7,5 dakika içerisinde %20'lik sodyum karbonat çözeltilisinden 15 ml ilave edilir, karıştırılır ve hacmine tamamlanır. Çözelti 20 °C'de 2 saat bekletilir. Her bir çözeltinin absorbansı 765nm'de 10ml'lik küvetlerde köre karşı okunur ve grafik çizilir.

Örneğin beyaz şarap olması durumunda 100ml'lik balona tam 1 ml örnek konular ve 60 ml su ilavesi ile başlayarak yukarıdaki gibi devam edilir.

Kırmızı şaraplarda 10 ml örnek 100 ml'ye sulandırılır ve sulandırılan örneğin 1ml'si alınarak işleme devam edilir.

Şeker interferanstır. Düzeltme yapılmak istenirse aşağıdaki tablo kullanılır.

Şeker Konsantrasyonu (g/100ml)	Toplam Fenol Değerlerinin bölüneceği faktör
1-2.5	1.03
2.5-10	1.06
10-20	1.10

$Y=0,0011x+0,0719$ formülünde absorbans y değerinin yerine koyularak x değeri hesaplanır.