

Αρ. 1088/86

(4)

Καθορισμός ορίου 5% σαν ποσοστό περιεκτικότητας Βεταίνης στη μέλασσα και εφαρμογή μεθόδου για τον προσδιορισμό της Βεταίνης στο κρασί.

Συνεδρίαση 22.7.86

ΓΕΝΙΚΟΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ

Έχοντας υπόψη :

1. Το έγγραφο του Γενικού Χημείου του Κράτους αρ. 11095/371/86.

2. Το εδάφιο δ της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 «περι συστάσεως του Γενικού Χημείου του Κράτους, όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με τον ΑΝ 754/1937 (αρ. 3 παρ. 2 και 3) (Φ.Ε.Κ. : 247/ΤΑ/1937).

3. Το άρθρο 4 του Διατάγματος της 31ης Οκτωβρίου 1929 «περι κανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου (Φ.Ε.Κ. 391/ΤΑ/31.10.1929).

4. Το Νόμο 115/1975 «περι τροποποιήσεως διατάξεων των Ν. 4328/1929 (Φ.Ε.Κ. 172/ΤΑ/20.8.1975).

5. Την απόφαση των Υπουργών Προεδρίας και Οικονομικών για αναμόρφωση συλλογικών οργάνων Γνωμοδοτικής και Αποφασιστικής αρμοδιότητας του Υπουργείου Οικονομικών αρ. 0.208/181, Φ.Ε.Κ. 214/ΤΒ/82.

6. Την απόφαση του Πρωθυπουργού για την «Ανάθεση αρμοδιότητων στον Αναπληρωτή Υπουργό Οικονομικών με αρ. 5443/16.5.1986 (Φ.Ε.Κ. 343/ΤΒ/19.5.86).

7. Την απόφαση του Πρωθυπουργού και Υπουργού Εμπορίου «Ανάθεση αρμοδιοτήτων στον Υφυπουργό Εμπορίου» με αρ. Β3 -417/30.4.1986, αποφασίζουμε :

Εγκρίνουμε 1) τον καθορισμό ορίου 5% σαν ποσοστό περιεκτικότητας βεταίνης στη μέλασσα και 2) την εφαρμογή της παρακάτω περιγραφόμενης μεθόδου για τον προσδιορισμό της βεταίνης και κατ'επέκταση της μέλασσας στο κρασί.

Προσδιορισμός της βεταίνης στα κρασιά
Αρχή της μεθόδου

Η μέθοδος βασίζεται στην κατακράτηση της βεταίνης από κατιοντοανταλακτική ρητίνη. Η βεταίνη εκλύεται με αμμωνία και καθορίζεται με διαβίβαση από στήλη που περιέχει μίγμα κατιονικής και ανιονικής ρητίνης.

Το διάλυμα συμπυκνώνεται και η περιεχόμενη βεταίνη σχηματίζει σύμπλοκο με άλας REINECKATE και προσδιορίζεται σταθμικά ή εκατοστομετρικά.

Αντιδραστήρια.

(α) Διάλυμα αμμωνίας 2% : Αραιώνονται 140 ML πυκνής αμμωνίας στα 2LT με νερό.

(β) Διάλυμα AMMONIUM REINECKATE 2,5% : Ανακινούνται 2,5 G με 70 ML νερό για 30 MIN.

Διηθούνται μέσα από χάρτινο ηθμό και αραιώνονται στα 100 ML. Ρυθμίζεται το PH στο 1,0 και HCL και διηθείται το διάλυμα με γυάλινο ηθμό (C4).

Χρησιμοποιείται πρόσφατο διάλυμα (παρασκευασμένο πριν την καταβύθιση της βεταίνης).

Το αντιδραστήριο δεν πρέπει να έχει ίζημα.

(γ) Ενυδατωμένος αιθέρας : προστίθεται 1 ML H₂O σε 140 ML αιθέρα.

(δ) Διάλυμα ακετόνης 70% σε νερό.

(ε) Ιοντοεναλλακτικές ρητίνες : (1) AMBERLITE IR-120 (20-50 MESH). Παρασκευάζονται 50 G ρητίνης στη μορφή H⁺ με επεξεργασία της ρητίνης με διπλάσιο του όγκου της HCL 2 N (περίπου 100 ML) Αφήνεται να διαβραχεί για 2 ώρες. Η ρητίνη κατόπιν εκπλένεται με νερό μέχρι να μην ανιχνεύονται ιόντα χλωρίου στα υγρά εκπλύσεως.

(2) AMBERLITE IRA -400 (20-50 MESH). Παρασκευάζονται 10 G στη μορφή OH - επεξεργαζόμενοι τη ρητίνη με διπλάσιο του όγκου της NaOH 2 N (περίπου 20 ML) Η ρητίνη κατόπιν εκπλένεται με νερό μέχρις ουδετέρως αντιδράσεως και λήψη υγρών εκπλύσεως ελευθέρων NaOH. Αναμιγνύεται με την ρητίνη IRC -50 για την παρασκευή της στήλης II.

(3) AMBERLITE IRC 50 : Παρασκευάζονται 5 G στη μορφή H⁺ επεξεργαζόμενοι τη ρητίνη με διπλάσιο του όγκου της HCL 2N (περίπου 10 ML). Η ρητίνη κατόπιν εκπλένεται με νερό μέχρι να μην ανιχνεύονται ιόντα χλωρίου στα υγρά εκπλύσεως.

(ζ) Πρότυπο διάλυμα βεταίνης 1 MG ανύδρου βεταίνης ανά ML.

Παρασκευή των στήλων.

(α) Στήλη I : Χρησιμοποιείται στήλη με εσωτερική διάμετρο 10 MM, πυθμένα από πορώδες γυαλί και στρέφιγγα. Εισάγεται η ρητίνη AMBERLITE IR -120 (H) μέχρι ύψους 12,5 CM, με μορφή υδατικού αιωρήματος. Μετα από τη χρήση η ρητίνη αναγεννάται με 100 -200 ML HCL 1 N και εκπλένεται με νερό μέχρι να μη ανιχνεύονται ιόντα χλωρίου στα υγρά εκπλύσεως.

(β) Στήλη II : Αναμιγνύονται πλήρως 2 όγκοι AMBERLITE IRA -400 (OH) (10 GR) με 1 όγκο IRC - 50 (H) (5 GR) και μεταφέρονται σε στήλη ως ανωτέρω μέχρι ύψους 7,5 CM.

Σημείωση : Οι ρητίνες της στήλης (II) έχουν διαφορετικές πυκνότητες και περίσσεια νερού προκαλεί ανεπιθύμητο διαχωρισμό τους. Το μίγμα των ρητινών δεν μπορεί να αναγεννηθεί. Χρησιμοποιείται μόνο δύο φορές.

Προσδιορισμός.

30 ML οίνου φέρονται σε PH 3,0 με 0,1 HCL, με τη βοήθεια πεχαμέτρου. Κατόπιν διέρχονται από τη στήλη I με ταχύτητα 3 ML/MIN. Όταν το υγρό φτάσει στην κορυφή της ρητίνης, η στήλη εκπλένεται με 200 ML H₂O. Τα υγρά εκπλύσεως πετάγονται. Κατόπιν εκπλένεται η βεταίνη από τη στήλη με τουλάχιστον 150 ML 2% αμμωνία, ώστε να είναι βέβαιο ότι το έκπλυμα είναι αλκαλικό και κατόπιν με 100 ML H₂O συμπυκνώνονται τα εκπλύματα σε όγκο 25 ML ρυθμίζεται το PH σε 7,0 με HCL 0,1 N και μεταφέρεται στη στήλη II.

Το διάλυμα διέρχεται από τη στήλη με ταχύτητα 1 ML/MIN και όταν το υγρό φτάσει στην κορυφή της στήλης διέρχονται 50 ML H₂O. Συμπυκνώνονται τα εκπλύματα σε όγκο 15-20 ML και ρυθμίζεται το PH σε 1,0 με HCL 1 N. Ψύχονται σε 0+ -3° C και προστίθενται τμηματικά και με ανάδευση 20 ML 2,5% NH₄+ REINECKATE το οποίο είναι σε PH 1,0 και θερμοκρασία 0+ -3° C Το μίγμα αφήνεται για τρεις ώρες στους 0+ -3° C και κατόπιν διηθείται υπο κενό από προζυγισμένο γυάλινο ηθμό (C4), ενώ είναι ακόμα κρύο. Το ίζημα εκπλένεται με 3 x 5 ML υδατικού αιθέρα. Το ίζημα : 1) ξηραίνεται στους 105° C και ζυγίζεται. Η βεταίνη προσδιορίζεται από καμπύλη αναφοράς. 2) Διαλύεται σε 10ML ακετόνης 70% μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη 25 ML και συμπληρώνεται στα 25 ML με ακετόνη 70%. Μετράται η απορρόφηση στα 525 NM σε κυψελίδα 1 CM και με ακετόνη 70% σαν τυφλό. (Η ανάγνωση γίνεται μέσα σε 4 ώρες). Η βεταίνη προσδιορίζεται από καμπύλη αναφοράς.

Παρασκευή καμπύλης αναφοράς.

Με τη βοήθεια προχοΐδος μεταφέρονται σε ποτήρια ζέσεως 5,0 10,0 15,0 20,0 και 30,0 ML πρότυπο διάλυμα βεταΐνης, προστίθεται νερό μέχρι όγκου περίπου 30 ML και συνεχίζεται η μέθοδος όπως στον προσδιορισμό από το σημείο αρυθμίζεται το PH σε 1,0 με HCL 1 N, ψύχονται σε 0+-3° C. . . . ».

Σημείωση :Ανάλογα εάν έχει ακολουθηθεί η μέθοδος (1) τα ιζήματα ζυγίζονται για την καμπύλη αναφοράς εάν έχει ακολουθηθεί η μέθοδος (2) τα ιζήματα διαλύονται σε ακετόνη 70% και μετράται η απορρόφηση.

Υπολογισμός αποτελεσμάτων

Απο τη βεταΐνη προσδιορίζεται η μέλκσσα στο κρασί από τον τύπο :

$$\frac{1000}{30} A \times \frac{10C}{5} = \frac{2000}{3} A \text{ MGR}$$

μέλκσσας ανά λίτρο δείγματος έπου Α τα MGR βεταΐνης όπου βρέθηκαν από την καμπύμπύλη αναφοράς.

Ο Πρόεδρος

Ο Γραμματέας

ΣΤ.ΧΑΤΖΗΓΙΑΝΑΚΟΣ

ΧΑΡ. ΧΑΜΑΛΙΔΗΣ

Τα μέλη

ΕΥΑΓΓ. ΤΣΙΓΑΡΙΔΑΣ, ΠΑΝ. ΚΩΤΤΗΣ, ΑΝΤ. ΔΑΣΚΑΛΑΚΗΣ ΕΥΑΓ. ΣΥΜΒΩΝΗΣ ΔΙΟΝ. ΦΡΑΓΚΑΤΟΣ ΑΘΑΝ. ΚΟΥΤΙΝΑΣ.

Εγκρίνουμε την παραπάνω απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου καθώς και τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβέρνησης και ορίζουμε ότι θα αρχίσει η ισχύς της από την ημέρα που θα δημοσιευθεί.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 14 Αυγούστου 1986

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΑΝΑΠΛ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ

ΥΦΥΠΟΥΡΓΟΣ ΕΜΠΟΡΙΟΥ

ΝΙΚΟΣ ΑΘΑΝΑΣΟΠΟΥΛΟΣ

ΧΡΗΣΤΟΣ ΦΩΤΙΟΥ