

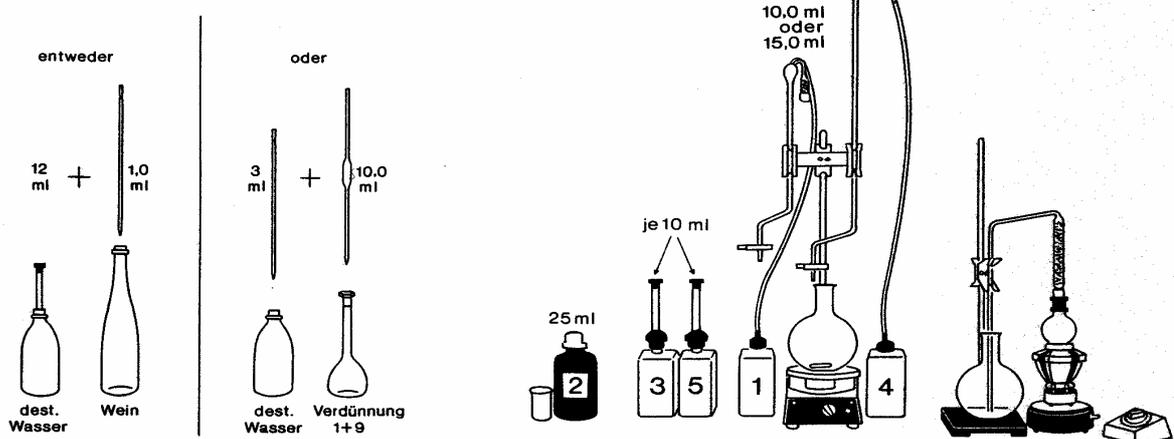
Getränkeanalytik

Bestimmung des Alkoholgehalts nach Dr. REBELEIN

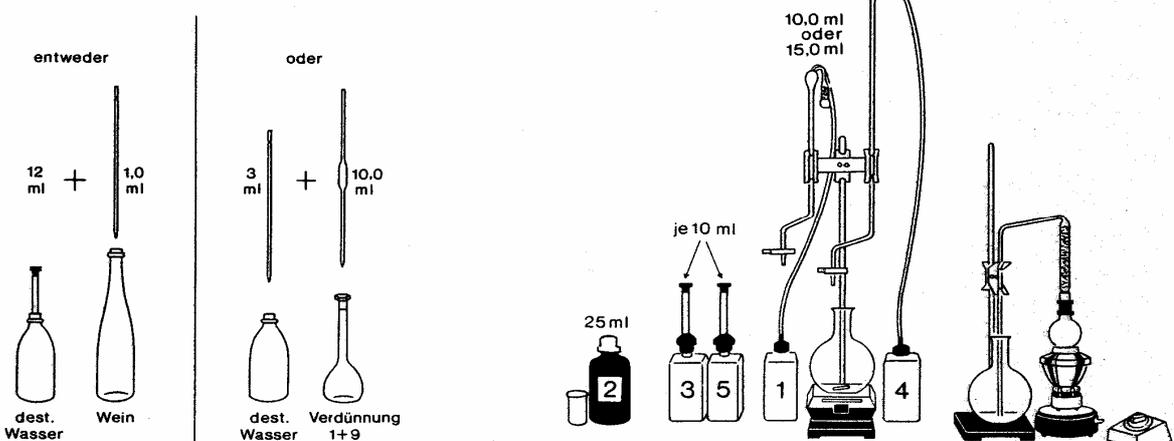
Stand 01/2001

Seite 1/4

Apparatur mit Leuchtrührer



Apparatur mit Mini-Rührer



Anleitung für die Alkoholbestimmung in Wein:

- INFRAROT-Laborheizgerät ca. 5 Minuten vorheizen.
- Büretten überprüfen. Der Meniskus der Lösungen muss auf der obersten Marke der Büretten aufsitzen. Tropfen von Bürettenhähnen entfernen. Dosierzylinder auffüllen.
- In den Reaktionskolben (500 ml Stehkolben) 10,0 ml „Alkohol 1“ langsam einfließen lassen, Bürettenhahn an der Innenwand des Kolbens abstreifen (vgl. „richtige Pipettiertechnik“).
- In 50 ml Becherglas bis zur 25 ml Ringmarke „Alkohol 2“ einfüllen, Lösung in den Reaktionskolben geben (Vorsicht: 65 %ige Salpetersäure) und Kolben unter Destillierrohr stellen.
- Untersuchungsflüssigkeit in den Destillierkolben (100 ml Stehkolben NS 19/26) pipettieren. Bitte hierzu Kapitel „Probenvorbereitung“ beachten.
- Destillierkolben auf INFRAROT-Laborheizgerät einschwenken und Destillierrohr bis zum Boden des Reaktionskolbens absenken. Erforderlichenfalls Reaktionskolben zur Nivellierung mit Aluscheibe unterlegen.
- Kurzzeitmesser auf 4 Min. stellen, destillieren.
- Nach der Destillation Halter mit Destillierrohr 5-10 cm hochstellen und Rohr um 180° nach der Seite schwenken, Destillierkolben abnehmen und am Destillierrohr haftende Flüssigkeit gut mit dest. Wasser in den Reaktionskolben abspülen.
- Den Reaktionskolben unter Abspülung der Innenwandung ungefähr bis zur Marke 300 ml mit dest. Wasser auffüllen.
- Magnetstift einlegen und Kolben auf Leuchtrührer stellen, Magnetrührwerk / Beleuchtung einschalten.
- 10 ml „Alkohol 3“ in den Reaktionskolben geben (Dosierzylinder).
- Mit „Alkohol 4“ titrieren, bis die anfangs rotbraune Flüssigkeit nach gelb/gelbgrün tendiert. Titration unterbrechen, 10 ml „Alkohol 5“ zukippen (Dosierzylinder) und vorsichtig tropfenweise weitertitrieren, bis die tiefblaue Färbung in ein wasserhelles Blau umschlägt. Der Tropfabstand sollte zuletzt 3-5 Sekunden betragen.
- Alkoholgehalt (g/l) an der Bürette ablesen. Beispiel: Der Meniskus steht bei 78,2. Die untersuchte Flüssigkeit enthält 78,2 g/l Alkohol.

- Prüfung der Titration durch Zugabe von 1 Tropfen „Alkohol 1“. Sofortige Blaufärbung zeigt korrektes Ausitrieren an, der Bedarf mehrerer Tropfen eine Übertitration.

Bei Alkoholgehalten bis 110 g/l (13,93 % vol) wird nach der Anleitung gearbeitet.

Ist ein Alkoholgehalt von 110-170 g/l (13,9-21,5 % vol) zu erwarten, legt man abweichend von der Arbeitsanleitung statt 10,0 ml Lösung „Alkohol 1“ 15,0 ml „Alkohol 1“ vor. Die Zusatzmenge „Alkohol 2“ bleibt unverändert 25 ml. Zu den abgelesenen Titrationswerten müssen generell 60,0 g/l Alkohol zugezählt werden.

Beispiel: Bei Vorlage von 15,0 ml „Alkohol 1“ wurde ein Wert von 75,8 g/l Alkohol ermittelt. Die Probe enthält tatsächlich $75,8 \text{ g/l} + 60 \text{ g/l} = 135,8 \text{ g/l}$ (17,2 % vol) Alkohol.

Bei Proben mit Alkoholgehalten über 170 g/l (21,54 % vol) gilt die speziell für Spirituosen ausgearbeitete Vorschrift (auf Anfrage).

Probenvorbereitung:

Es stehen zwei Möglichkeiten zur Wahl:

1. 12 ml dest. Wasser (Dosierzylinder), einen gestrichenen Spatellöffel Bimssteine, 1-2 Tropfen Silicon-Antischaum-Lösung, 1,0 ml Untersuchungsflüssigkeit (Ausblas-Pipette) in den Destillierkolben geben und diesen sofort dicht am Siliconstopfen des Destillierrohres befestigen.
2. 3 ml dest. Wasser (Meßpipette), einen gestrichenen Spatellöffel Bimssteine, 1-2 Tropfen Silicon-Antischaum-Lösung, 10 ml einer Verdünnung aus 1 Teil Untersuchungsflüssigkeit + 9 Teilen dest. Wasser (Ausblas-Pipette) in den Destillierkolben geben und diesen sofort dicht am Siliconstopfen des Destillierrohres befestigen.

Herstellung der 1+9 Verdünnung von Untersuchungsflüssigkeit:

- In 100 ml Meßkolben 10-20 ml dest. Wasser vorlegen,
- 10 ml Untersuchungsflüssigkeit zupipettieren (Ausblas-Pipette),
- Kolben mit dest. Wasser zur Marke auffüllen (Meniskus muss genau auf der Ringmarke sitzen).

Richtige Pipettiertechnik:

Pipette stets mit der abzumessenden Flüssigkeit vor-spülen! Flüssigkeit ca. 2 cm über Ringmarke ansaugen, Pipette mit Zellstofftuch abtrocknen, auf Marke einstellen, wobei man die Spitze zum Ablassen überschüssiger Flüssigkeit an die Wandung eines speziell dafür bereitgestellten Becherglases anlegt und anschließend abstreift. Pipetteninhalt verlustlos unter geringem Eintauchen der Pipettenspitze in das vorgelegte Wasser einbringen. Nach Ablauf der Flüssigkeit Pipettenspitze ca. 2 cm über Niveau an die Kolbenwand anlegen, nach ca. 15 Sekunden Pipette ausblasen und Pipettenspitze abstreifen.

Blindtitration zur Kontrolle der Lösungen:

10,0 ml „Alkohol 1“ und 25 ml „Alkohol 2“ in den Reaktionskolben geben, bis zur 300 ml Marke dest. Wasser zusetzen, 10 ml „Alkohol 3“ zugeben, mit „Alkohol 4“ auf gelb/gelbgrün titrieren, 10 ml „Alkohol 5“ zugeben, weitertitrieren bis zu einem wasserhellen Blau. Die Blindtitration soll mit einer Toleranz von $\pm 0,5$ g/l den Alkoholwert 0 g/l ergeben.

Wassertest durch Blinddestillation:

Durch Destillation von 12 ml des verwendeten dest. Wassers anstelle von Untersuchungsflüssigkeit und Titration des Destillats der Wasservorlage nach Vorschrift sollte von Zeit zu Zeit auch die Güte des dest. Wassers geprüft werden. Weichen die Blindtitrationsergebnisse ohne Destillation und mit Destillation deutlich voneinander ab, ist das Wasser nicht einwandfrei und zu ersetzen.

Alkoholbestimmung in Fruchtsäften:

Zur Bestimmung geringer Alkoholgehalte in Fruchtsäften werden abweichend von der Originalvorschrift 3 ml dest. Wasser (Meßpipette) sowie 10,0 ml unverdünnte Untersuchungsflüssigkeit (Ausblas-Pipette) in den Destillierkolben gegeben. Der erzielte Messwert muss durch den Faktor 10 dividiert werden.

Beispiel: Messwert nach Titration 48,2 g/l. Der Fruchtsaft enthält $48,2 \text{ g/l} : 10 = 4,82 \text{ g/l}$ Alkohol.

Alkoholbestimmung in vergorenen Obst- und Getreidemaischen:

Es werden 1 ml der blanken Maischefflüssigkeit oder 10 ml einer blanken Verdünnung 1+9 Maischefflüssigkeit/dest. Wasser eingesetzt. Der ermittelte Alkoholgehalt muss um einen Faktor für Treber- und Tresterteile reduziert werden. (3 % bei Getreide, 6-8 % bei Äpfel, 8-10 % bei Birnen, 11-12 % bei Zwetschgen, 15 % bei Kirschen).

Alkoholbestimmung in Bier:

Bei Pils, Export und obergärigem Bier werden jeweils 2,0 ml entgastes (kohlendioxidfreies) Bier eingesetzt. Der abgelesene Bürettenwert ist zu halbieren. Bei Starkbier wird 1,0 ml Untersuchungsflüssigkeit einpipettiert. Der Erfassungsbereich der Meßbürette geht bei Einsatz von 2,0 ml Probe bis 55 g/l, bei Verfahren nach der Originalvorschrift (1,0 ml Untersuchungsflüssigkeit) bis 110 g/l,

Weitere Hinweise:

Der in das Oxidationsgemisch überdestillierte Alkohol wird spontan quantitativ zu Essigsäure oxidiert. Das nicht verbrauchte Oxidationsmittel wird mit Natriumthiosulfat rücktitriert. Der abgelesene Bürettenwert gibt den wahren Alkoholgehalt in g/l an. Essigsäure und SO_2 haben keinen Einfluss auf das Messergebnis.

Bei Serienbestimmungen kann in beliebig vielen Destillierkolben das dest. Wasser vorgelegt werden. Die Untersuchungsflüssigkeit ist jeweils erst unmittelbar vor der Destillation einzufüllen. Der Destillierkolben ist danach sofort am Destillierrohr zu befestigen.

Der Magnetrührer sollte so eingestellt werden, dass in der Flüssigkeit ein tiefer Sogwirbel entsteht (Einstellung auf halbe Leistung). Beginnt der Magnetstift im Glaskolben zu hüpfen, wird die Titration unterbrochen, der Magnetrührer ausgeschaltet und erst wieder eingeschaltet, wenn der Magnetstift ruhig auf dem Gefäßboden liegt. Erst bei Eintreten der vollen Rührwirkung wird die Titration fortgesetzt.

Beim Umgang mit den Lösungen sind die R und S-Sätze auf den Rückenetiketten der Verkaufsverpackungen zu beachten. Weitere Hinweise sind den Sicherheitsdatenblättern zu entnehmen.

Alkoholbestimmung nach Rebelein - Stückliste -

- 1 Infrarot-Labor-Heizgerät (dazu Anleitung)
- 1 Laborwecker -digital-
- 1 Leucht-Magnetrührer mit Gewinde M 10 im Adapter, Stativ-Stab 600 x 12 mm, 2 Magnetstifte 4 cm, 1 Magnetstiftgreifer (der Leuchtrührer mit Stativ-Stab ist auch Bürettenstativ)

alternativ

- 1 Mini-Rührer mit 2 Magnetstiften 4 cm, Magnetstiftgreifer
- 1 Stativ mit Stativ-Stab 600 x 12 mm für Büretten (erforderlich, wenn kein Leuchtrührer bestellt wird)
- 1 Automatikus-Bürette 20 ml TTS für „Alkohol 1“
- 1 Automatikus-Bürette „Alkohol nach Dr. Rebelein“ TTS für „Alkohol 4“
- 1 Bürettenhalter 10 – 10 / 12
- 1 Stativ mit Stativ-Stab 600 x 12 mm für Destillierrohr
- 1 Alkohol-Destillierrohr (mit Glasperlen) mit Siliconstopfen 21 / 16 x 25 mm
- 1 Destillierrohr-Halter
- 2 Ausblas-Vollpipetten 1 ml
- 1 Ausblas-Vollpipette 5 ml
- 2 Ausblas-Vollpipetten 10 ml
- 1 Meßpipette 12 ml
- 1 Dosierzylinder 12 ml mit runder Poly-Flasche 500 ml für destilliertes Wasser
- 2 Stehkolben mittellang 100 ml NS 19/26 mit Wärmeschutz (Destillierkolben)
- 2 Stehkolben mittellang enghalsig 500 ml mit Marke 300 ml (Reaktionskolben)
- 1 Becherglas hohe Form 50 ml mit Ringmarke 25 ml für „Alkohol 2“
- 2 Dosierzylinder 10 ml für „Alkohol 3“ und „Alkohol 5“
- 1 Alu-Scheibe 130 x 130 x 2,5 mm für Nivellierung Brenner/Reaktionskolben
- 1 5-Liter-Poly-Flasche mit Quetschhahn/Luftfilter für destilliertes Wasser
- 5 Liter destilliertes Wasser im Cubitainer
- 1 Poly-Spritzflasche mit Spritzverschluss 500 ml für destilliertes Wasser
- 1 x Bimssteine zur Analyse (Riedel-de-Haen)
- 1 Löffel für Bimssteine
- 1 x 100 ml Silicon-Antischaum-Lösung für Destillation
- 1 Meßkolben 100 ml mit Poly-Stopfen für Verdünnungen
- 1 Mappe Informationsmaterial
- 1 „Tabellen für die Weinanalytik“ von Dr. Schmitt
- 1 Tafel „Umrechnung des Alkohols von g/l in Vol.%“

Reagenzien-Erstausrüstung:

- Alkohol 1 500 ml in Poly-Flasche
- Alkohol 2 1000 ml in Glas-Flasche
- Alkohol 3 500 ml in Poly-Flasche
- Alkohol 4 500 ml in Poly-Flasche
- Alkohol 5 500 ml in Poly-Flasche

Bedarf pro Analyse:

- (10,0 ml / Bürette)
- (25 ml / Becherglas)
- (10 ml / Dosierzylinder)
- (variabel / Bürette)
- (10 ml / Dosierzylinder)

Empfehlenswertes Zubehör:

- Schutzbrille
- Dispensette 25 ml für Dosierung der 65 %igen Salpetersäure direkt aus 2,5 Liter Merck-Originalflaschen in das Reaktionsgefäß
- Abtropfgestell für Gläser, Kolben, Zylinder
- Pipettenstativ aus Polypropylen