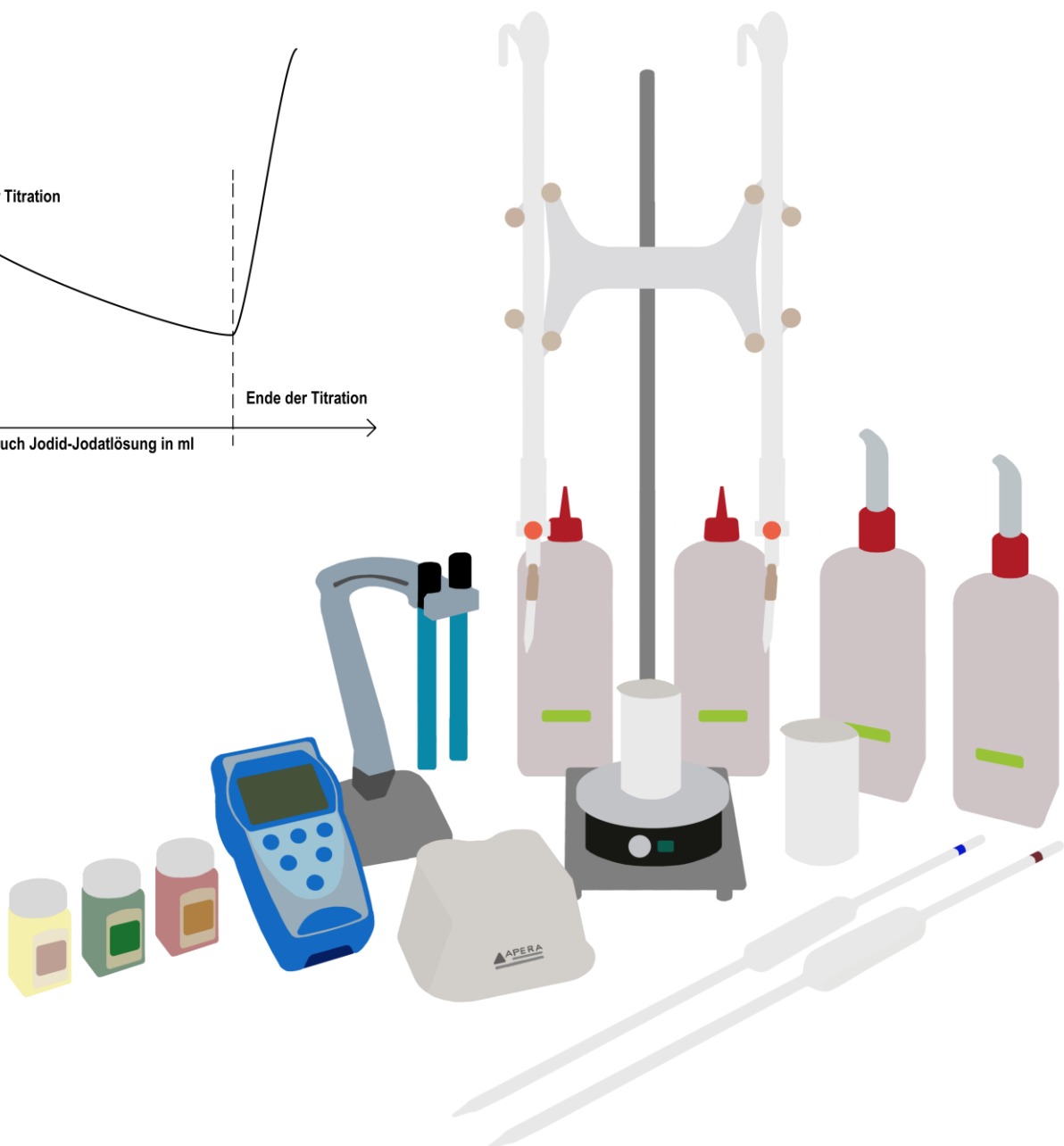
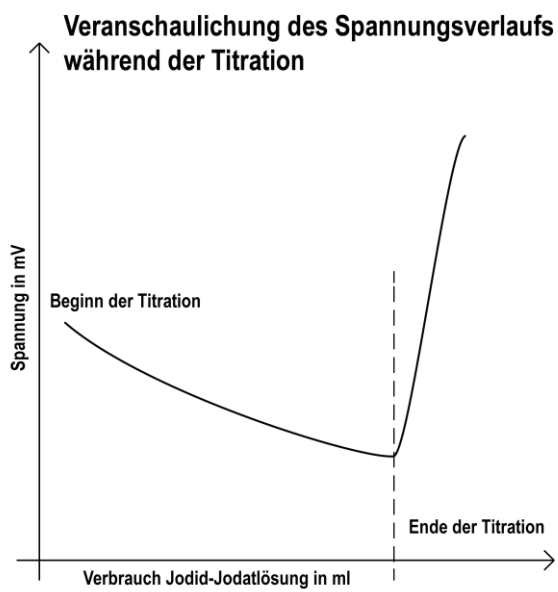


e-Sulf⁺ P L U S

Stand: 10/2020

für die elektrometrische Bestimmung des pH-Wertes, der Gesamtsäure, der freien und gesamten schwefligen Säure sowie der Reduktone im Wein



Geräte und Reagenzien

für die Bestimmung der freien und gesamten schwefligen Säure sowie der Reduktone

Geräte:

- 1 Bürette 50 ml mit Flaschenanschluss in Rollenklemme auf einem Stativ für 1/64N Jodid-Jodatlösung
- 1 Magnetrührer
- 1 flexibler Elektrodenhalter
- 1 pH-Meter Apera pH8500 mit ORP-Elektrode (Oxidations-/Reduktionspotential), Einstellung auf mV-Messung
- 1 Ausblas-Vollpipette 50 ml
- 1 Becherglas 150 ml hoch
- 1 Magnetrührstäbchen 20x7
- 1 Kipp-Pipette 12,5 ml für Lauge
- 1 Kipp-Pipette 10 ml für Schwefelsäurelösung
- 1 Laborwecker
- 1 Spritzflasche 500 ml für destilliertes Wasser

Lösungen:

- Lauge
- Schwefelsäurelösung
- 1/64N Jodid-Jodatlösung

Zusätzlich für die Bestimmung der Reduktone:

- Propionaldehydlösung
- 1 Ausblas-Vollpipette 5 ml
- 1 Peleusball

für die Bestimmung des pH-Wertes und der Gesamtsäure

Geräte:

- 1 Bürette 25 ml mit Flaschenanschluss in Rollenklemme auf einem Stativ für 1/3N Natronlauge
- 1 Magnetrührer
- 1 flexibler Elektrodenhalter
- 1 Box für pH-Kalibrierung
- 1 pH-Meter Apera pH8500 mit pH-Elektrode
Einstellung pH-Messung
- 1 Ausblas-Vollpipette 25 ml
- 1 Becherglas 100 ml hoch
- 1 Magnetrührstäbchen 20x7
- 1 Spritzflasche 500 ml für destilliertes Wasser

Lösungen:

- 1/3N Natronlauge

Die Bestimmung der freien und gesamten schwefligen Säure

Durchführung der elektrometrischen Bestimmung der freien und gesamten schwefligen Säure mit der **ORP-Elektrode**

pH-Meter und ORP-Elektrode

Ausführliche Erläuterungen zur Anwendung, Pflege und Lagerung der ORP-Elektrode sind in der Gebrauchsanweisung des pH-Meters Apera pH8500 beschrieben. Für die Messung mit der ORP-Elektrode ist keine Kalibrierung notwendig. **Lagern Sie die Elektrode stets in dem beigelegten Schraubbehälter mit 3-molarer KCL-Lösung.** Sollte die KCL-Lösung trübe oder schimmelig sein, muss diese erneuert werden.

Vor Benutzung der Elektrode, entnehmen Sie diese aus dem Schraubbehälter (Behälter vor Entnahme aufschrauben!) und spülen Sie die Elektrode mit destilliertem Wasser. Tupfen Sie die Elektrode vorsichtig trocken. Verbinden Sie die Elektrode mit dem pH-Meter am **Anschluss pH/ORP** und schalten Sie das Gerät ein. Stellen Sie das Gerät auf den **Messmodus mV**.

Nach jeder durchgeführten Messung wird die Elektrode mit destilliertem Wasser abgespült und trocken getupft. Bitte nur eine gereinigte und trockene Elektrode zur Lagerung wieder in den Schraubbehälter einführen (Schraubdeckel vorher abschrauben!).

I.a. Bestimmung der freien schwefligen Säure inkl. Reduktone

Arbeitsvorschrift

1. Allgemeines:

Die zu untersuchende Probe darf **nicht entgast** werden, da hierbei der Gehalt an schwefliger Säure verloren geht. Die Untersuchung sollte bei etwa 20 °C und möglichst zügig erfolgen.

2. Probe vorbereiten:

Hierzu werden **50 ml Probe** in das 150 ml Becherglas pipettiert. Die Spitze der Pipette dicht über den Boden halten.

Hinweis:

Vor dem Pipettieren werden grundsätzlich die Pipetten mit Wein vorgespült!

3. Mit der Kipp-Pipette werden **10 ml Schwefelsäurelösung** zugegeben.

4. Das Magnetrührstäbchen 20x7 in das Becherglas einlegen.

5. Das Becherglas auf den Magnetrührer stellen und die ORP-Elektrode am flexiblen Elektrodenhalter eintauchen. Das Magnetrührstäbchen sollte nicht an die Elektrode anstoßen. Jetzt wird der Magnetrührer eingeschaltet.

6. Die Glasspitze der **50 ml Bürette** durch Schwenken und Höhenverstellung der Rollenklemme in das Becherglas einführen.

Titration

- Durch drehen der Rändelschraube an der 50 ml Bürette nach rechts werden langsam **1/64N Jodid-Jodatlösung** in das Becherglas eingetropfelt. Eine optimale Geschwindigkeit liegt bei ca. 2-3 Tropfen/Sek.

Es ist nicht notwendig einen stabilen Anfangsmesswert abzuwarten.

Hinweis:

Die Tropfen sollten nicht zu nah an der ORP-Elektrode eintropfen, da so starke Messwertschwankungen auftreten können.

- Die Spannung in mV nimmt während der Titration zunächst langsam um ca. 10-60 mV ab und **steigt** dann abrupt um ca. 40-100 mV wieder an. Dieser Punkt ist der Endpunkt der Titration. An diesem Punkt wird das Eintropfen durch ein zügiges Drehen der Rändelschraube der 50 ml Bürette nach links beendet. (*Veranschaulichung des Spannungsverlaufs auf dem Deckblatt*)

- Jetzt wird der Verbrauch der 1/64N Jodid-Jodatlösung mit Hilfe des Schellbachstreifens auf der 50 ml Bürette abgelesen.

Die Berechnung der freien schwefligen Säure (inkl. Reduktone) erfolgt nach der Formel:

$$\text{freie schweflige Säure (inkl. Reduktone) [mg/l]} =$$

$$\text{Verbrauch 1/64N Jodid-Jodatlösung [ml]} \times 10$$

I.b. Bestimmung der „echten“ freien schwefligen Säure ohne Reduktone

Zur Ermittlung der „echten“ freien schwefligen Säure ohne Reduktone wird im Vorfeld, wie unter Punkt I.a. beschrieben, die freie schweflige Säure inkl. Reduktone bestimmt. Anschließend werden mit der nachstehenden Arbeitsvorschrift die Reduktone direkt ermittelt. Mit den Ergebnissen kann schließlich die „echte“ freie schweflige Säure berechnet werden.

Arbeitsvorschrift

1. In das 150 ml Becherglas werden **50 ml** des zu untersuchenden Weines pipettiert.

Hinweis:

Vor dem Pipettieren werden grundsätzlich die Pipetten mit Wein vorgespült!

2. Mit der Vollpipette (mit Peleusball) werden der Probe **5 ml Propionaldehyd** zugegeben, das Becherglas leicht geschwenkt und **5 Minuten** stehen gelassen.

3. Anschließend werden mit der Kipp-Pipette **10 ml Schwefelsäurelösung** zugegeben und das Magnetrührstäbchen 20x7 wird in das Becherglas eingelegt.

4. Dann das Becherglas auf den Magnetrührer stellen und die ORP-Elektrode mit dem flexiblen Elektrodenhalter eintauchen.

5. Alle weiteren Schritte erfolgen wie unter Punkt I.a. beschrieben

Die Berechnung der Reduktone erfolgt nach der Formel:

$$\text{Reduktone [mg/l]} = \text{Verbrauch 1/64N Jodid-Jodatlösung [ml]} \times 10$$

Die Differenz der ersten Analyse I.a. und der zweiten Analyse I.b. ist die „echte“ freie schweflige Säure und berechnet sich wie folgt:

$$\text{„echte“ freie schweflige Säure [mg/l]} =$$

$$\text{Ergebnis aus I.a. [mg/l]} - \text{Ergebnis aus I.b. [mg/l]}$$

II. Bestimmung der gesamten schwefligen Säure (inkl. Reduktone)

1. Probe vorbereiten:

Hierzu werden mit der Kipp-Pipette **12,5 ml Lauge** in das 150 ml Becherglas vorgelegt. Dann werden **50 ml** des zu untersuchenden Weines hinzugegeben (die Pipettenspitze kurz über die Lauge halten bis sie fast eintaucht). Das Becherglas wird nun leicht geschwenkt und **5 Minuten** stehen gelassen.

2. Mit der Kipp-Pipette wird **10 ml Schwefelsäurelösung** zugegeben und das Magnetrührstäbchen 20x7 in das Becherglas gegeben.

3. Das Becherglas wird auf den Magnetrührer gestellt und die ORP-Elektrode mit dem flexiblen Elektrodenhalter eingetaucht.

4. Die weiteren Schritte erfolgen wie unter Punkt I.a. beschrieben.

Die gesamte schweflige Säure (inkl. Reduktone) berechnet sich nach der Formel:

$$\text{gesamte schweflige Säure (inkl. Reduktone) [mg/l]} =$$

$$\text{Verbrauch 1/64N Jodid-Jodatlösung [ml]} \times 10$$

Zur Korrektur der gesamten schwefligen Säure um die Reduktone muss eine Analyse wie in Punkt I.b. beschrieben durchgeführt werden. Das Ergebnis wird dann vom Ergebnis der Analyse in Punkt II abgezogen.

Die Bestimmung des pH-Wertes und der titrierbaren Gesamtsäure

Durchführung der Bestimmung des pH-Wertes sowie die elektrometrische Bestimmung der titrierbaren Gesamtsäure mit der **pH-Elektrode**

pH-Meter und pH-Elektrode

Ausführliche Erläuterungen zur Anwendung, Pflege und Lagerung der pH-Elektrode sind in der Gebrauchsanweisung des pH-Meters Apera pH8500 beschrieben.

Grundsätzlich verändern pH-Elektroden im Laufe der Zeit ihr Messverhalten. Aufgrund dessen ist es notwendig die pH-Elektrode, optimaler Weise, vor Beginn eines Untersuchungszyklus zu kalibrieren. Hierzu verwendet man Pufferlösungen mit einem definierten pH-Wert. Für den Most- und Weinbereich sind hierbei die **Pufferlösung pH7.0 und pH4.0** zu verwenden. Im Koffer des Apera pH8500 sind diese bereits beigelegt. Schwenken Sie die Elektrode leicht bei der Kalibrierung. Hierdurch wird eine höhere Messgenauigkeit erreicht.

Die pH-Elektrode verfügt über einen integrierten Temperaturfühler. Somit ist es nicht notwendig den pH-Wert anhand der Temperatur auf dessen Bezugspunkt bei 20°C manuell zu korrigieren. Das pH-Meter kompensiert die Temperatur automatisch und gibt so den korrekten pH-Wert bei 20°C an.

Lagern Sie die Elektrode stets in dem beigelegten Schraubbehälter mit 3-molarer KCL-Lösung. Sollte die KCL-Lösung trübe oder schimmelig sein, muss diese erneuert werden.

Vor Benutzung der Elektrode, entnehmen Sie diese aus dem Schraubbehälter (Behälter vor Entnahme aufschrauben!) und spülen Sie die Elektrode mit destilliertem Wasser. Tupfen Sie die Elektrode vorsichtig trocken. Verbinden Sie die Elektrode mit dem pH-Meter am **Anschluss pH/ORP und Temp.** Schalten Sie das Gerät ein. Stellen Sie das Gerät auf den Messmodus pH.

Nach jeder durchgeführten Messung wird die Elektrode mit destilliertem Wasser abgespült und trocken getupft. Bitte nur eine gereinigte und trockene Elektrode zur Lagerung wieder in den Schraubbehälter einführen (Schraubdeckel vorher abschrauben!).

III. Bestimmung des pH-Wertes

1. Die pH-Elektrode wird in den Most / Wein eingetaucht und wie bei der Kalibrierung leicht geschwenkt um die Messgenauigkeit zu erhöhen.
2. Der pH-Wert kann direkt im Display abgelesen werden und wurde durch das pH-Meter bereits durch die Temperaturkompensation auf 20°C korrigiert.

IV. Bestimmung der titrierbaren Gesamtsäure

Arbeitsvorschrift

1. Probe vorbereiten:
Die Gesamtsäure in Most und Wein beinhaltet alle organischen Säuren wie Wein- Äpfel, Milch- und Citronensäure. Vorhandene Kohlensäure verfälscht das Ergebnis und muss daher vor der Analyse entfernt werden. Dies geschieht vorzugsweise in einem Ultraschallbad für 2-3 Minuten.

Eine weitere Möglichkeit ist das Rühren der Probe für ca. **1-2 Minuten**.

- Die **Probe >25 ml** in das 150 ml Becherglas füllen.
 - Das Magnetrührstäbchen 20x7 in das Becherglas einlegen und auf den Magnetrührer stellen.
 - Magnetrührer einschalten und auf mittlerer Geschwindigkeit für ca. **1-2 Minuten** die Probe rühren lassen.
 - Rührgerät ausschalten und das Becherglas vom Rühr Tisch nehmen.
2. Mit der Vollpipette werden **25 ml** der entgasten Probe aus dem 150 ml Becherglas in das 100 ml Becherglas pipettiert und das Magnetrührstäbchen 20x7 hinzugegeben.
 3. Das Becherglas auf den Magnetrührer stellen und die pH-Elektrode am flexiblen Elektrodenhalter eintauchen. Das Magnetrührstäbchen sollte nicht an die Elektrode anstoßen. Jetzt wird der Magnetrührer eingeschaltet.
 4. Die Glasspitze der **25 ml Bürette** durch Schwenken und Höhenverstellung der Rollenklammer in das Becherglas einführen.

Titration

- Durch drehen der Rändelschraube an der 25 ml Bürette nach rechts werden langsam **1/3N Natronlauge** in das Becherglas eingetropft.
- Hinweis:**
Die Tropfen sollten nicht zu nah an der pH-Elektrode eintropfen, da so starke Messwertschwankungen auftreten können.
- Der pH-Wert im Display des pH-Meters steigt an. Wenn der **pH-Wert 7.0 (Neutralpunkt)** erreicht ist wird das Eintropfen durch ein zügiges Drehen der Rändelschraube der 25 ml Bürette nach links beendet.
 - Jetzt wird der Verbrauch der 1/3N Natronlauge mit Hilfe des Schellbachstreifens auf der 25 ml Bürette abgelesen.

Das Ergebnis lautet wie folgt:

$$\text{titrierbare Gesamtsäure [g/l]} = \text{Verbrauch 1/3N Natronlauge [ml]}$$

Hinweis:

Das Ergebnis ist ausgedrückt als Weinsäure. Umrechnungen in andere Säuren entnehmen Sie bitte der einschlägigen Fachliteratur der Weinanalytik.