

Wir begleiten
Ihre erfolgreiche
Getränkeherstellung

**SCHLISSMANN
SCHWÄBISCH HALL**



Tel. 07 91 - 9 71 91-0 • Fax 9 71 91-25
C. Schliessmann Kellerei-Chemie GmbH & Co.KG
Auwiesenstr. 5 • D-74523 Schwäbisch Hall

Getränkeanalytik

Bestimmung der flüchtigen Säure nach dem Halbmikroverfahren

Stand 06/2018

Seite 1/2

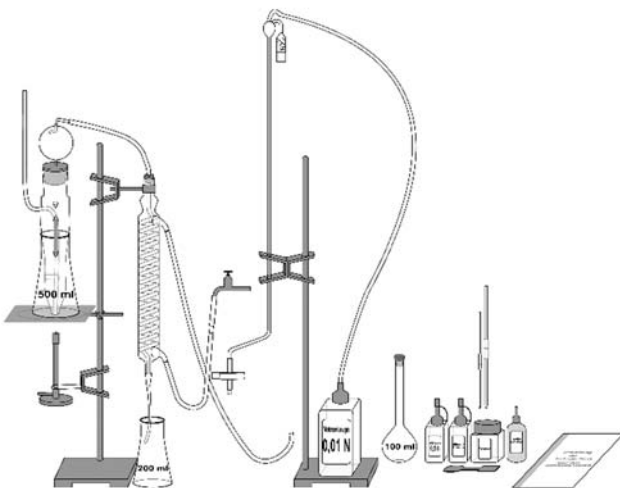
Technische Informationen und Gebrauchshinweise

Arbeitsmittel zur Bestimmung der flüchtigen Säure nach dem Halbmikroverfahren:

- Regelbarer Propangasbrenner mit Klemmhalter
- Ring 130 mm \varnothing mit Muffe und Keramikdrahtnetz 160 x 160 mm
- Stativ mit Stativ-Stab 600 x 12 mm
- Erlenmeyer-Kolben 500 ml NS 45 mit Häkchen und 2 Haltefedern
- Einsatz mit NS 45 und NS 29, Häkchen und Steigrohr für Halbmikromethode flüchtige Säure
- Destillieraufsatz mit 250 mm Siliconschlauch 8 x 2 mm und Siliconstopfen 32/26 x 30 mm beiderseits (freies Schlauchende zum Kühler ca. 35 mm)
- Schlangenkühler NS 29
- Rundklemme mit Muffe, 40 mm Spannweite, für Kühler
- 2,5 m Gummischlauch 8 x 2 mm mit Übersetzungsstück 10 x 14 mm und 100 mm Schlauch 12 x 2 mm
- Vollpipette 5 ml
- 1 Vollpipette 10 ml für die Herstellung von 0,01 n Natronlauge
- 1 Meßkolben 100 ml mit Poly-Stopfen für gleichen Zweck
- Erlenmeyer-Kolben 200 ml, enghalsig
- Stativ mit Stativ-Stab 600 x 12 mm
- Bürettenhalter 10 / 12
- Automatikus-Bürette 10 ml TTS
- 1 Packung Bimssteine
- 1 Löffel für Bimssteine
- 1 Flasche Silicon-Antischaum-Lösung

Benötigte Reagenzien (nicht im Preis enthalten):

- 250 ml 0,01 n Natronlauge
- 100 ml 0,1 n Natronlauge
- 50 ml Indikatorlösung in Tropfflasche



Analysenvorschrift:

- Es werden 5,0 ml der zu untersuchenden Probe, aus welcher vorher mittels Wasserstrahl-Vakuum die Kohlensäure entfernt wurde, in dem birnenförmigen Destillierkolben einpipettiert und mit einem Tropfen Silicon-Antischaum-Lösung versetzt. Der Wasserspiegel im äußeren Kolben, der als Wasserdampfentwickler dient, muss stets über dem Spiegel der Untersuchungsflüssigkeit im birnenförmigen Kolben liegen.
- Nach Zugabe einiger Bimssteine in den Wasserdampfentwickler, zur Vermeidung von Siedeverzügen, wird die Apparatur zusammengesetzt, wobei auf Dichtigkeit der Verbindungen zu achten ist. Mittels eines kräftigen Wasserdampfstromes werden 60 ml in die Vorlage überdestilliert.
- Das Destillat wird bis zum beginnenden Sieden erhitzt und nach Abkühlung und Zusatz von 3 - 4 Tropfen Phenolphthalein bis zum Auftreten einer Rosafärbung mit 0,01 n Natronlauge titriert. Der Umschlag ist gegen einen weißen Untergrund gut zu erkennen.
- Die Multiplikation des Laugenverbrauchs in ml mit dem Faktor 0,12 ergibt die flüchtige Säure in g/l

Beispiel:

Es wurden 3,5 ml 0,01 n Lauge bei der Titration verbraucht. Der Gehalt an flüchtiger Säure beträgt:

$$3,5 \times 0,12 = 0,42 \text{ g/l}$$

Wichtiger Hinweis:

0,01 n Natronlauge ist nicht lagerstabil. Sie sollte in 2 Wochen-Intervallen aus 0,1 n Natronlauge zubereitet werden. Man pipettiere 10,0 ml 0,1 n Natronlauge in einen 100 ml Meßkolben, fülle mit dest. Wasser genau bis zur Ringmarke auf und mische den Ansatz gut. Er wird anschließend in die Vorratsflasche für 0,01 n gefüllt. Auf der Vorratsflasche das Herstellungsdatum notieren.

Allgemeine Bemerkungen zur Bestimmung der flüchtigen Säure:

Die flüchtige Säure ist, wie ihr Name ausdrückt, mit Wasserdampf flüchtig, und zwar im Unterschied zu den in Getränken enthaltenen Fruchtsäuren. Für ihre Bestimmung wird daher das Getränk einer Wasserdampf-Destillation unterworfen und die im gewonnenen Destillat enthaltenen Säuren, vorwiegend Essigsäure neben geringen Mengen Ameisensäure und Propionsäure, mittels Lauge titriert.

Getränke mit hohen SO₂-Gehalten ergeben bei der Bestimmung der flüchtigen Säure zu hohe Werte. Man kontrolliere daher bei hoher flüchtiger Säure immer auch den SO₂-Gehalt des betreffenden Getränks.

Bei Getränken, die einen Wert an flüchtiger Säure im Grenzbereich aufweisen, sollte man sicherheitshalber die wahre flüchtige Säure wie folgt ermitteln:

$$\text{Wahre flüchtige Säure [g/l]} = \text{Titrationwert [g/l]} - (0,001 \times \text{Gesamt-SO}_2 \text{ [mg/l]})$$