

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 der Wädenswiler Methode

Stand 05/2018

Seite 1/2

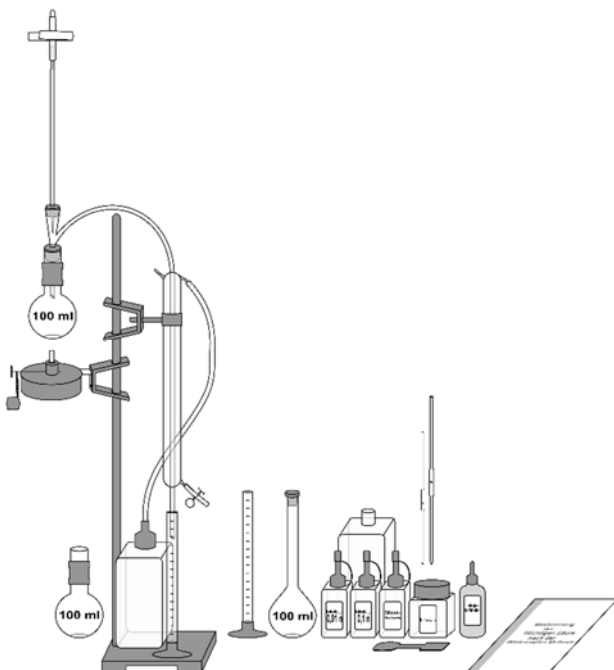
Technische Informationen und Gebrauchshinweise

Arbeitsmittel zur Bestimmung der flüchtigen Säure nach der Wädenswiler Methode:

- Stativ mit Stativ-Stab 600 x 12 mm
- 1 Spiritusbrenner mit Klemmhalter
- 1 Wädenswiler Flüchtigssäure-Destillierrohr mit Wasserkühler (am Destillierrohr Siliconstopfen 21/16 x 25 mm, am Kühler 2 Stutzen für Wasser und 1 Stutzen für Entlüftung, am unteren Wasserstutzen ca. 100 mm Siliconschlauch 5 x 1,5 mm und Quetschhahn nach Mohr, am oberen Wasserstutzen ca. 500 mm Siliconschlauch 5 x 1,5 mm mit Schraubkappe für 500 ml Poly-Flasche)
- 2 Stück 500 ml Poly-Flaschen
- 1 Rundklemme mit Muffe, 40 mm Spannweite
- 2 Stück Destillierkolben (Stehkolben 100 ml NS 19 mit Wärmeschutz)
- 1 Wädenswiler Flüchtigssäure-Meßpipette 7,5 : 2,5 ml mit Siliconstopfen 18/14 x 20 mm und ca. 60 mm Siliconschlauch 4 x 2 mm mit TTS-Ventil
- 2 Stück Wädenswiler Flüchtigssäure-Meßzylinder mit Polyfuß
- 1 Vollpipette 5 ml für die Untersuchungsprobe
- 1 Vollpipette 10 ml für die Herstellung von 0,01 n Natronlauge
- 1 Meßkolben 100 ml mit Poly-Stopfen für gleichen Zweck
- 1 Packung Bimssteine
- 1 Löffel für Bimssteine
- 1 Flasche Silicon-Antischaum-Lösung

Benötigte Reagenzien (nicht im Preis enthalten):

- 100 ml 0,01 n Natronlauge (Flasche mit Dosierschluß)
- 100 ml 0,1 n Natronlauge
- 50 ml Indikatorlösung in Tropfflasche
- 250 ml Spiritus (Alkohol, vergällt 96%ig)



Vorsicht! - Wichtige Hinweise zur Bedienung des Spiritusbrenners:

Unsachgemäße Benutzung des Spiritusbrenners kann zu einer Verpuffung führen. Dabei entzündet sich das Spiritus-Luft-Gemisch im Kopfraum des Vorratsgefäßes lautstark. Dies lässt sich mit folgendermaßen vermeiden:

- Vorratsgefäß nur in kaltem Zustand und höchstens zu 2/3 mit Spiritus befüllen
- Brenner nur in kaltem Zustand anzünden
- Brenner während des Betriebs nicht bewegen
- nicht zu stark heizen, d.h.:
- Mindestabstand zwischen Dochtende und Destillierkolben von 3 cm einhalten
- Docht nicht weiter herausdrehen, als für eine Destillationsgeschwindigkeit von 3-4 min pro Ringmarke notwendig ist.
- zum Löschen der Flamme Blechkäppchen aufsetzen

Zur Sicherheit sollte die Apparatur außerdem so aufgebaut werden, dass die Belüftungsbohrung im Kopf des Spiritusbrenners nicht zum Bediener hinzeigt.

Analysenvorschrift:

- Kühler vor jeder Bestimmung aus der an dem oberen Flüssigkeitsstutzen angeschlossenen Vorratsflasche mit kaltem Wasser füllen (angewärmtes Wasser nach jeder Bestimmung am unteren Stutzen mit Quetschhahn in der zweiten Flasche auffangen) oder bei entsprechender Untersuchungskapazität kontinuierlich kühlen (in diesem Falle wird das Kühlwasser über den unteren Stutzen zugeführt und über den oberen Stutzen abgeleitet).
- Am TTS-Ventil mit dem Mund in die Spezialpipette bis zur obersten Ringmarke Leitungswasser aufsaugen (dabei Quetschhahn drücken) und Spezialpipette auf das Destillierrohr aufsetzen.
- 5,0 ml der Untersuchungsflüssigkeit in den Destillierkolben pipettieren.
- Einem Löffel Bimssteine und einen Tropfen Antischaum-Lösung beifügen.
- Destillierkolben an den Siliconstopfen des Destillierrohrs anschließen.
- Flüchtigssäure-Meßzylinder unter Kühler stellen.
- Spiritusbrenner anzünden und so unter den Destillierkolben bringen, dass der Abstand des Dochtes vom Boden des Kolbens ca. 3 cm beträgt. Destillieren.

- Hat das Destillat die erste Ringmarke des Flüchtigssäure-Meßzylinders erreicht, Quetschhahn der Pipette drücken und Wasser bis zur nächsttieferen Ringmarke in den Destillierkolben auslaufen lassen, weiterdestillieren bis zur zweiten Ringmarke des Messzylinders, Quetschhahn der Pipette erneut drücken und Wasser bis zur nächsten Ringmarke der Pipette ausfließen lassen, weiterdestillieren bis zur dritten Ringmarke des Messzylinders, restliches Wasser aus der Pipette in den Destillierkolben entleeren und bis zur Nullmarke des Messzylinders weiterdestillieren. Sobald Nullmarke erreicht ist, Flüchtigssäure-Meßzylinder entfernen und Spiritusbrenner ausschwenken oder auslöschen.
- 1 Tropfen Indikator-Lösung zum Destillat im Messzylinder geben.
- Aus Tropfflasche unter Schwenken des Messzylinders 0,01 n Natronlauge zusetzen, bis die entstehende hellrote Färbung der Flüssigkeit ca. 30 Sekunden bestehen bleibt.

Am Flüchtigssäure-Meßzylinder den Gehalt der Probe an flüchtiger Säure in g/l ablesen.

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.

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