

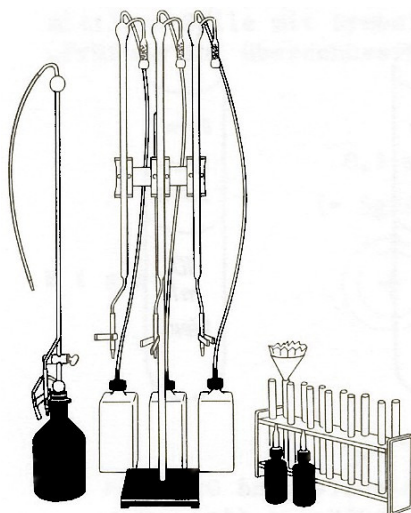


Getränkeanalytik

Bestimmung des Kaliumferrocyanid- bedarfs für die Blauschönung von Wein usw.

Stand 05/2007

Seite 1/4



Voraussetzung für die exakte Ermittlung des Kaliumferrocyanidbedarfs ist, dass eine wirkliche Durchschnittsprobe des zu untersuchenden Getränks vorliegt. Teile der Lagergebinde (vor allem Faßtürchen) geben unter Umständen Eisen an den Wein ab, und es können deshalb bei der Untersuchung von Proben, welche ohne vorherige gründliche Durchmischung der Gesamtmenge entnommen wurden, falsche Ergebnisse erzielt werden. Verteilt sich ein Wein auf mehrere Gebinde, so ist infolge eines partiell unterschiedlichen Eisengehaltes von jedem eine Durchschnittsprobe zu entnehmen und an dieser die Untersuchung vorzunehmen. Ebenso muss die Menge des im Gebinde lagernden Getränks genau bekannt sein. Die durch Kaliumferrocyanid ausfällbaren Metalle liegen zum größten Teil in Form von zwei- und dreiwertigem Eisen vor. Eventuell vorhandenes Kupfer, Zink, Blei, Silber (Silberchloridschönung) wird mit ausgefällt. Größere Mengen von Kupfer ergeben einen rotbraunen, von Zink und Silber einen weißlichen Niederschlag.

Arbeitsmittel:

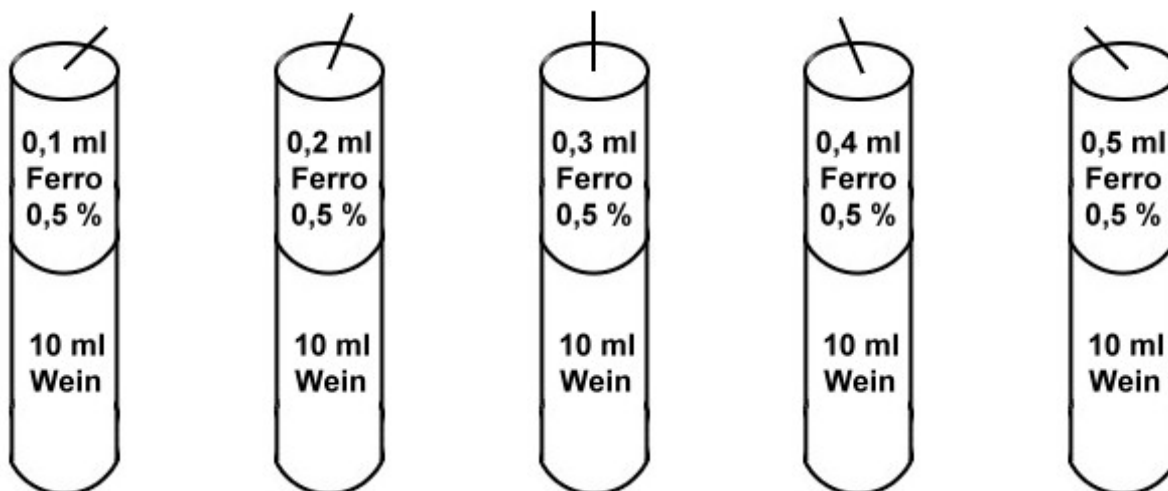
- 1 Stativ mit Alu-Stab 600 x 12 mm
- 3 Automatikus-Büretten 25 ml TTS
- 1 Bürettenhalter 12-12-12/12
- 1 Vollpipette 10 ml
- 1 Vollpipette 50 ml
- 1 Fein-Bürette 2,5 ml TTS, Teilung 0,01 ml, mit Glaszwischenhahn, Ansaugvorrichtung und gebohrtem Gummistopfen 27/22 x 25 mm auf brauner 500 ml Flasche
- 5 Erlenmeyer-Kolben enghalsig 200 ml
- 24 Reagenzgläser 160/16
- 2 Poly-Reagenzglasgestelle 24stellig
- 1 Mischzylinder 100 ml mit NS-Poly-Stopfen
- 6 Poly-Trichter Ø 75 mm
- 100 Faltenfilter 12,5 cm Ø, Nr. 602 h

Reagenzien:

- 500 ml Tannin-Lösung 0,2 % in Poly-Flasche
- 500 ml Gelatine-Lösung 0,2 % in Poly-Flasche
- 500 ml Salzsäure 10 % in Poly-Flasche (x)
- 250 ml Kaliumferrocyanid-Lösung 0,5 % (Ferrocyanid-Kaliumlsg.) in brauner Glas-Flasche, ca. 8 Wo. haltbar
- 50 ml Ferriammoniumsulfat-Lösung in Tropfflasche
- 50 ml Kaliumferro-Kaliumferricyanid-Lösung (Ferri-Ferro-Lösung) in Tropfflasche (x)

(x) Eisentest für Schnellorientierung:

10 ml Wein werden im Reagenzglas mit 1 ml 10 %iger Salzsäure und 2 bis 3 Tropfen Ferri-Ferro-Lösung versetzt. Verändert sich die Weinfarbe nach gelbgrün/grün/blaugrün/tintenblau, ist Kaliumferrocyanid-Schönung nach Vorschrift nötig.

Ansatz der Versuchsreihe für die Voruntersuchung:

In 5 Reagenzgläser werden je 10 ml Wein und der Reihe nach ansteigend 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,4 ml und 0,5 ml 0,5 %ige Kaliumferrocyanid-Lösung (das entspricht 5 g; 10 g; 15 g; 20 g und 25 g Kaliumferrocyanid [Ferrocyanid] pro hl) sowie je 1 ml 0,2 %ige Tanninlösung gegeben. Man mischt, bringt in jedes Glas noch 1 ml 0,2 %ige Gelatinelösung ein, schüttelt kräftig um und filtriert die Reagenzglasinhalte glanzhell. Es wird jedes Filtrat in 2 Teile geteilt und der eine Teil auf Eisen und der andere auf überschüssiges Kaliumferrocyanid geprüft. Dazu werden die Reagenzgläser paarweise hintereinander in ein Reagenzglasgestell gebracht, um Verwechslungen zu vermeiden.

Schema (obere Zeile Angabe über Kaliumferrocyanidzugabe [0,5 %ig] pro Glas, mittlere Zeile mit Symbolen \odot "Prüfung auf Eisen", untere Zeile mit Symbolen \circ "Prüfung auf überschüssiges Kaliumferrocyanid")

	0,1 ml (= 5 g Ferro)	0,2 ml (= 10 g Ferro)	0,3 ml (= 15 g Ferro)	0,4 ml (= 20 g Ferro)	0,5 ml (= 25 g Ferro)
Eisen	\odot	\odot	\odot	\odot	\odot
Ferrocyanid	\circ	\circ	\circ	\circ	\circ

- Prüfung auf Eisen: In jedes Glas der Reihe \odot 1 ml 10 %ige Salzsäure und 2 Tropfen Ferri-Ferro-Lösung geben. Das Auftreten von Blau- oder Grünfärbung zeigt das Vorhandensein von Eisen, das Ausbleiben einer Färbung zeigt das Fehlen von Eisen an.
- Prüfung auf überschüssiges Ferrocyanid: In jedes Glas der Reihe \circ 1 ml 10 %ige Salzsäure und 1 Tropfen Ferriammonsulfat geben. Grün- oder Blaufärbung zeigen überschüssiges Ferrocyanid an. Rotwein ist zu filtrieren; bei überschüssigem Ferrocyanid wird der Filter blau.

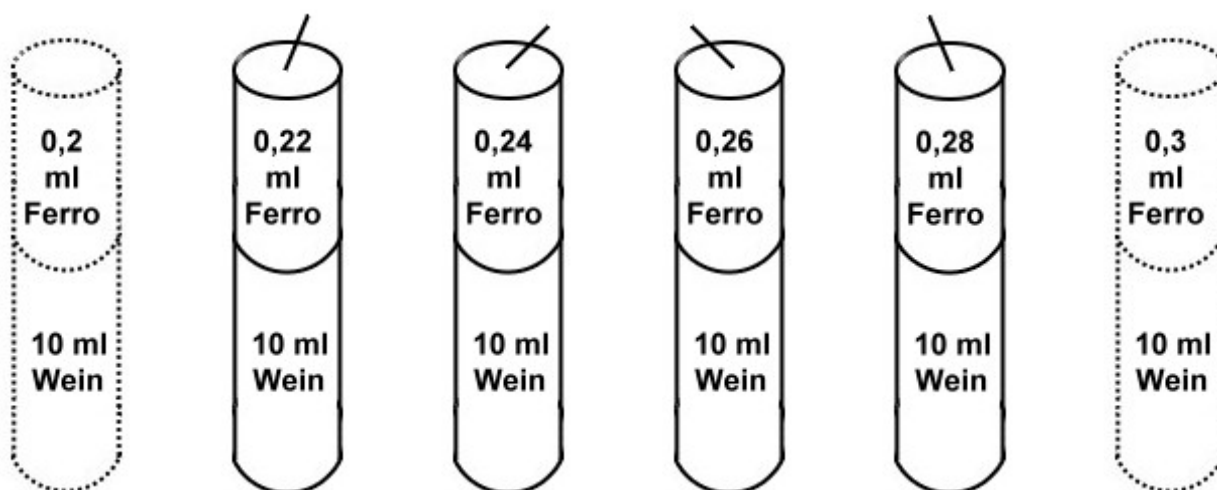
Die Prüfreihe lassen sich am besten tabellarisch auswerten. Es wird die farbliche Veränderung einer Probe mit dem Symbol + die farbliche Konstanz einer Probe mit dem Symbol - vermerkt.

Beispiel: (obere Zeile Angabe über Kaliumferrocyanidzugabe [0,5 %ig] pro Glas, mittlere Zeile mit Symbolen \odot "Prüfung auf Eisen", untere Zeile mit Symbolen \ominus "Prüfung auf überschüssiges Kaliumferrocyanid")

	0,1 ml (= 5 g Ferro)	0,2 ml (= 10 g Ferro)	0,3 ml (= 15 g Ferro)	0,4 ml (= 20 g Ferro)	0,5 ml (= 25 g Ferro)
Eisen	\odot +	\odot +	\odot -	\odot -	\odot -
Ferrocyanid	\ominus -	\ominus -	\ominus +	\ominus +	\ominus +







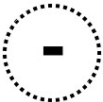
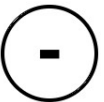
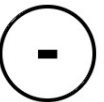



In den mit + markierten Gläsern der Reihe "Prüfung auf Eisen" ist Eisen, in den mit + markierten Gläsern der Reihe "Prüfung auf überschüssiges Kaliumferrocyanid" ist Kaliumferrocyanid enthalten. Die für die Blauschönung nötige Menge an Kaliumferrocyanid liegt zwischen 10 und 15 g/hl.

Ansatz der Versuchsreihe für die Hauptuntersuchung:



Zur genauen Ermittlung der für die Blauschönung erforderlichen Kaliumferrocyanidmenge gibt man in die Reagenzgläser wiederum je 10 ml Wein und 0,5 %ige Kaliumferrocyanid-Lösung in steigenden Mengen, nun abgestuft in 0,02 ml Intervalle, beginnend am unteren Eckwert und endend am oberen Eckwert des kritischen Bereichs der Voruntersuchung. Man kann die beiden Eckwerte (im Beispielfalle 0,2 ml und 0,3 ml) aus der Voruntersuchung übernehmen, man kann sie aber auch noch einmal mit ansetzen. Nach Zufügung von je 1 ml 0,2 %ige Tanninlösung und 0,2 %ige Gelatinelösung, mischen und filtrieren der einzelnen Reagenzglas-inhalte und halbieren der Filtrate wird wie beim Vorversuch auf "Eisen" und "überschüssiges Kaliumferrocyanid" geprüft und das Ergebnis wiederum tabellarisch ausgewertet.

Beispiel:

	0,2 ml (= 10 g Ferro)	0,22 ml (= 11 g Ferro)	0,24 ml (= 12 g Ferro)	0,26 ml (= 13 g Ferro)	0,28 ml (= 14 g Ferro)	0,3 ml (= 15 g Ferro)
Eisen						
Ferrocyanid						

Die Proben in den mit + markierten Gläsern der Reihe "Prüfung auf Eisen" zeigen Eisen, die Proben in den mit - markierten Gläsern der Reihe "Prüfung auf überschüssiges Kaliumferrocyanid" lassen einen Ferrocyankalium-Überschuß erkennen. Es wären mithin für die Blauschönung des untersuchten Weines 12 g Kaliumferrocyanid/hl nötig. Um Überschönungen zu vermeiden, werden für die Schönung jeweils 0,025 g Kaliumferrocyanid/l (= 2,5 g/hl) weniger als ermittelt verwendet.

An die Errechnung des Schönungsbedarfs ist ein Schönungsversuch anzuschließen. 100 ml des betreffenden Weines werden in einem Standzylinder oder in einem Schüttelzylinder mit der als Schönungsbedarf errechneten (d.h. um 0,025 g pro Liter verminderten) Menge als Kaliumferrocyanid versetzt und durch wiederholtes Schütteln oder Umgießen gut vermischt.

Man lässt über Nacht stehen, beobachtet am nächsten Tag den Erfolg der Schönung und filtriert. Das klare Filtrat wird, wie oben beschrieben, einerseits auf Eisen, andererseits auf überschüssiges Ferrocyanid geprüft. Es muss eine ganz schwache Eisen- und eine negative Ferrocyanidreaktion geben.

Ist eine Zusatzschönung mit Tannin und Gelatine erforderlich, so werden auch diese Schönungsmittel beigegeben und gründlich mit dem Wein vermischt. (Durch gleichzeitiges Ansetzen mehrerer Versuche mit jeweils 100 ml Wein und der berechneten Menge Kaliumferrocyanid, jedoch mit steigenden Mengen Gelatine und soweit erforderlich Tannin kann gleichzeitig diejenige geringste Menge Gelatine und Tannin bestimmt werden, die zur völligen Ausflockung erforderlich ist.)

Ermittlung des Kaliumferrocyanidbedarfs (Blauschönung)

siehe auch Abschnitt 12, Seiten 104-107, "Aktuelle Weinanalytik" von Dr. Alfred Schmitt