

Empfehlungen des Ausschusses für Qualitätsmanagement - zusammengestellt von Herrn Dr. Ristow

## 1. Vorbemerkung

Die Bestimmung der Flüchtigen Säure hat in Laborvergleichsuntersuchungen unbefriedigende Übereinstimmung zwischen den Laboratorien gezeigt. Der Verband der Deutschen Weinanalytiker hat daher eine Studie zur Verbesserung der Bestimmung des Parameters durchgeführt. Hieraus ergeben sich folgende Empfehlungen zur Einarbeitung, Überprüfung und Kontrolle der Arbeitsweise bei den Verfahrensschritten Destillation und Titration der Bestimmung. Eine Korrektur des Ergebnisses um mitdestillierte Schweflige Säure ist notwendig. Die Einhaltung dieser Empfehlungen ist möglich und erforderlich.

## 2. Empfehlungen

### (1) Probenvorbereitung

Die Probe ist von Trubstoffen und Kohlensäure zu befreien (z.B. durch Filtration oder Vakuumbehandlung).

### (2) Destillation:

Dem Probevolumen ist Weinsäure in einer Menge zuzusetzen, die einer Konzentration von 25 g Weinsäure pro ein Liter Probe entspricht.

Die Destillation muss so durchgeführt werden, dass ein "Rücklauf" und damit eine Fraktionierung möglichst vermieden wird und zugleich aus dem Probegefäß keine mitgerissene Flüssigkeit in die Vorlage gelangt.

Die Wiederfindung einer vorgelegten Menge Essigsäure bzw. Natriumacetat (berechnet als Essigsäure) muss mindestens 95 % betragen. Hierzu sind die Destillationsbedingungen gegebenenfalls zielführend zu verändern. Die Wiederfindung ist wiederholt und bei seltenem Einsatz des Verfahrens stets neu zu ermitteln. Wiederholte Bestimmungen der Wiederfindung dürfen sich nicht um mehr als 5 % unterscheiden.

Das Destillat ist auf 60 °C bis 80 °C (beginnende Blasenbildung am Gefäßboden) zu erhitzen und zur Titration etwa auf Raumtemperatur abzukühlen.

Der Blindverbrauch des Destillatvolumens an kohlensäurefreiem Wasser ist wiederholt und bei seltenem Einsatz des Verfahrens stets neu zu bestimmen. Er ist bei der Ergebnisberechnung zu abziehen.

### (3) Titration:

Es sind nur frische Titrationsmittel zu verwenden, deren Normalität resp. Faktor zuverlässig bekannt bzw. bestimmt ist.

Eingesetztes Probevolumen und Molarität des Titrationsmittels sind so abzustimmen, dass der Titrationsmittelverbrauch mehr als 1 ml beträgt, d.h. bei normalen Gehalten an Flüchtiger Säure und Probevolumina unter 10 ml Wein muss das Destillat mit 0,01 m, höchstens 0,05 m Natronlauge titriert werden.<sup>1</sup>

Der Verbrauch an Titrationsmittel für die Probe muss auf besser als 2 % abgelesen werden.

Bei Endpunktbestimmung mittels pH-Elektrode ist die Richtigkeit und Steilheit der Anzeige durch Kalibrierung mit mindestens 2 Pufferstandardlösungen einzustellen.

### (4) Korrektur für mitdestillierte Schweflige Säure

Bei Weinen ist die Korrektur erforderlich. Der Anteil miterfasster Schwefliger Säure sollte durch jodometrische Bestimmung im Destillat ermittelt werden.

<sup>1</sup> Dies ist für das Verfahren nach Rentschler bereits durch die Arbeitsvorschrift vorgegeben und wird für das Halbmikroverfahren in der Praxisliteratur empfohlen.

### 3. Spezielle Hinweise zu häufig angewendeten Destillationsverfahren

#### Halbmikro-Verfahren:

Dieses Verfahren ist durch die Verwendung der in der Allgemeinen Verwaltungsvorschrift für die Untersuchung von Wein V. Nr. 8 bzw. der IFU Methode Nr. 5 beschriebenen Apparatur, den Einsatz von 5 ml Wein und die Gewinnung von 60 ml Destillat definiert. Wird eine andere Apparatur verwendet, liegt ein anderes Verfahren vor.

Beim Zusammensetzen der Apparatur ist größte Aufmerksamkeit geboten, um sowohl das Herausdrücken von Untersuchungsgut aus dem Einsatz als auch das Einsaugen von Wasser aus dem äußeren Gefäß zu vermeiden. Die Schliffe müssen dicht sitzen und mit gutem Vakuumpfett gefettet sein.

Der Wasserspiegel im äußeren Kolben, der als Wasserdampfentwickler dient, muss stets über dem Spiegel der Untersuchungsflüssigkeit liegen. Um einen Anstieg dieses Spiegels zu vermeiden muss die Energiezufuhr zu Beginn des Siedens gegebenenfalls, z.B. durch Hinzunehmen eines weiteren Brenners, erhöht werden.

Die weitere Erhitzung muss so erfolgen, dass ein kräftiger und stetiger Wasserdampfstrom gegeben ist. Wird die erforderliche Wiederfindung nicht erreicht, ist die Energiezufuhr zu erhöhen.

#### Verfahren mit den Vapodest -Wasserdampfgeneratoren der Firma Gerhardt:

Bei diesen Geräten ist unabhängig vom eingesetzten Probevolumen auf ein ausreichendes Destillatvolumen, d.h. nicht unter 150 ml zu achten.

Hierzu ist die Energie nicht unter 90 % und die Destillationsdauer nicht unter 6 Minuten (360 sec) einzustellen.

Wird die erforderliche Wiederfindung nicht erreicht, ist die Energie schrittweise – auf bis zu 100 % – sowie die Destillationsdauer bis auf die maximal einstellbare Zeit und damit das Destillatvolumen bis auf über 200 ml zu erhöhen.

Das Destillatvolumen soll – durch geeignete Marken am Vorlagegefäß oder durch Gewichtskontrollen – bestimmt und muss auf Gleichmäßigkeit überwacht werden.

**Zu Beginn** der Arbeit müssen mindestens **zwei Leerläufe** durchgeführt werden, damit eine gleichmäßige Temperierung des Gerätes (Vermeiden von "Rücklauf") gegeben ist.

### 4. Stichpunkt-Fließschema

- Trub- und kohlenstofffreies Probevolumen + Weinsäure (25 g/L)
- CO<sub>2</sub>-Entfernung: Destillat auf 60 °C bis 80 °C erhitzen
- frische Titrationsmittel
- NaOH 0,01 m bis höchstens 0,05 m
- Titrationsmittelverbrauch mehr als 1 ml
- Ablesbarkeit besser als 2 %
- Blindverbrauch bestimmen und abziehen
- SO<sub>2</sub> abziehen, jodometrische Bestimmung im Destillat
- Halbmikroverfahren: Einsatz von 5 ml Probe  
Gewinnung von 60 ml Destillat
- Vapodest-Verfahren: Einsatz von 10 ml Probe  
Gewinnung von mindestens 150 ml Destillat  
Energie mindestens 90 %  
Destillationsdauer mindestens 6 Minuten (360 sec)

Stand der Empfehlungen: 25.04.2012