

I

*(Veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)***VERORDNUNG (EWG) Nr. 2984/78 DER KOMMISSION****vom 17. November 1978****zur Bestimmung gemeinsamer Analysemethoden für den Weinsektor und zur Aufhebung der Verordnung (EWG) Nr. 1539/71**DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN
GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung (EWG) Nr. 816/70 des Rates vom 28. April 1970 zur Festlegung ergänzender Vorschriften für die gemeinsame Marktorganisation für Wein ⁽¹⁾, zuletzt geändert durch die Verordnung (EWG) Nr. 1861/78 ⁽²⁾, insbesondere auf Artikel 39,gestützt auf die Verordnung (EWG) Nr. 817/70 des Rates vom 28. April 1970 zur Festlegung besonderer Vorschriften für Qualitätsweine bestimmter Anbaugebiete ⁽³⁾, zuletzt geändert durch die Verordnung (EWG) Nr. 2211/77 ⁽⁴⁾, insbesondere auf Artikel 11 Absatz 3,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Artikel 39 Absatz 2 der Verordnung (EWG) Nr. 816/70 schreibt die Einführung von Analysemethoden zur Bestimmung der Zusammensetzung der Erzeugnisse nach Artikel 1 derselben Verordnung vor sowie die Regeln, anhand derer festgestellt werden kann, ob diese Erzeugnisse Gegenstand von Behandlungen waren, die nach den zulässigen önologischen Verfahren verboten sind.

Artikel 11 Absatz 1 der Verordnung (EWG) Nr. 817/70 sieht eine analytische Prüfung vor, die sich mindestens auf Grenzwerte derjenigen charakteristischen Bestandteile des betreffenden Qualitätsweins b.A. erstreckt, die im Anhang der genannten Verordnung aufgeführt sind.

Die Überwachung der Angaben in den für die fraglichen Erzeugnisse erstellten Dokumenten macht die Einführung einheitlicher Analysemethoden notwendig, um präzise und vergleichbare Angaben zu erhalten. Diese Methoden müssen demnach für alle Handelsgeschäfte und Kontrollmaßnahmen obligatorisch sein. In Anbetracht der Erfordernisse der Kontrolle und der begrenzten Möglichkeiten des Handels ist es jedoch angebracht, eine beschränkte Anzahl gebräuchlicher Verfahren zuzulassen, die eine schnelle und ausreichend sichere Bestimmung der gesuchten Bestandteile des Weines ermöglichen.

Die Methoden, auf die man sich einigt, sollten allgemein anerkannt sein. Daher sollte von den im Anhang der Verordnung (EWG) Nr. 1539/71 der Kommission vom 19. Juli 1971 zur Bestimmung gemeinsamer Analysemethoden für den Weinsektor ⁽⁵⁾ genannten Verfahren Gebrauch gemacht werden, die im Rahmen der Internationalen Konvention zur Vereinheitlichung der Analyse- und Bewertungsmethoden für Weine von 1954 entwickelt wurden.

Die Verordnung (EWG) Nr. 1539/71 nimmt auf die verschiedenen in der genannten Konvention anerkannten Analysemethoden Bezug, beschreibt jedoch keine Einzelheiten. Infolgedessen muß ein großer Teil der Betroffenen diese Methoden in einer Sprache verstehen, die nicht ihre Amtssprache ist. Dadurch wird das Verständnis der gemeinschaftlichen Rechtsvorschriften erheblich beeinträchtigt. Es empfiehlt sich daher, im Anhang dieser Verordnung alle durch das Gemeinschaftsrecht anerkannten Analysemethoden in sämtlichen Amtssprachen der Gemeinschaft zu veröffentlichen.

Für die Beurteilung, ob ein Erzeugnis Verarbeitungsvorgänge oder Behandlungen erfahren hat, die nicht mit den gemeinschaftlichen Bestimmungen in Einklang stehen, erscheint es bis zur Verabschiedung gemeinschaftlicher Bestimmungen unerlässlich, den Mit-

⁽¹⁾ ABl. Nr. L 99 vom 5. 5. 1970, S. 1.⁽²⁾ ABl. Nr. L 215 vom 4. 8. 1978, S. 1.⁽³⁾ ABl. Nr. L 99 vom 5. 5. 1970, S. 20.⁽⁴⁾ ABl. Nr. L 256 vom 7. 10. 1977, S. 1.⁽⁵⁾ ABl. Nr. L 163 vom 21. 7. 1971, S. 41.

gliedstaaten zu gestatten, daß sie die Grenzwerte der für die Anwendung bestimmter önologischer Verfahren charakteristischen Bestandteile festlegen und die Verwendung von Tabellen zur Gegenüberstellung analytischer Daten vorschreiben. Da es noch keine Methode gibt, um eine mißbräuchliche Anreicherung festzustellen, empfiehlt es sich, spätestens bis zum 31. August 1979 die Mitgliedstaaten zu ermächtigen, daß sie den reduzierten Trockenextraktgehalt nach der von ihnen vor dem 19. Juli 1971 verwendeten Methode bestimmen, und zwar nur im Rahmen der Überprüfung des Verhältnisses Alkohol/Extrakt. Nach alledem empfiehlt es sich, die Verordnung (EWG) Nr. 1539/71 aufzuheben.

Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Wein —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

(1) Im Anhang dieser Verordnung sind gemeinschaftliche Verfahren angegeben, mit denen für die Handelsgeschäfte und für jeden Kontrollvorgang

— die Zusammensetzung der Erzeugnisse nach Artikel 1 der Verordnung (EWG) Nr. 816/70 bestimmt und

— festgestellt werden kann, ob diese Erzeugnisse Gegenstand von nach den zulässigen önologischen Verfahren verbotenen Behandlungen gewesen sind.

(2) Auf den Gebieten, für welche Referenzmethoden und gebräuchliche Methoden festgesetzt werden, sind allein die mit den Referenzmethoden gewonnenen Ergebnisse maßgebend.

(3) Zur Untersuchung von Stoffen, für die im Anhang dieser Verordnung keine Analysemethode vorgesehen ist, oder zur Ergänzung oder Erhöhung der mit der Referenzmethode gewonnenen Ergebnisse können die in Artikel 39 Absatz 3 der Verordnung (EWG) Nr. 816/70 genannten Verfahren verwendet werden.

(4) Bis zum Erlaß gemeinschaftlicher Bestimmungen über Grenzwerte der für die Anwendung bestimmter önologischer Verfahren charakteristischen Bestandteile und Tabellen zur Gegenüberstellung analytischer Daten können die Mitgliedstaaten zur Beurteilung der Frage, ob ein Erzeugnis Verarbeitungsvorgänge oder Behandlungen erfahren hat, die nicht mit den gemeinschaftlichen Bestimmungen in Einklang stehen,

— Grenzwerte für die Bestandteile dieses Erzeugnisses festlegen,

— die Verwendung von Tabellen zur Gegenüberstellung analytischer Daten vorschreiben,

— bis spätestens 31. August 1979 den reduzierten Trockenextraktgehalt nach der von ihnen vor dem 19. Juli 1971 verwendeten Methode bestimmen, und zwar nur im Rahmen der Überprüfung des Verhältnisses Alkohol/Extrakt.

Artikel 2

Die Verordnung (EWG) Nr. 1539/71 wird aufgehoben.

Artikel 3

Diese Verordnung tritt am 1. Januar 1979 in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 17. November 1978

Für die Kommission

Finn GUNDELACH

Vizepräsident

ANHANG

1. VOLUMENMASSE UND RELATIVE DICHTEN 20/20

1.1. DEFINITIONEN

Die Masse und die relative Dichte des Weines und des Mostes werden bei 20 °C bestimmt.

Volumenmasse ist der Quotient aus der Masse eines bestimmten Volumens Wein oder Most bei 20 °C zu seinem Volumen, ausgedrückt in g/cm³ ⁽¹⁾. Symbol: ρ 20°.

Relative Dichte ist das in Dezimalen ausgedrückte Verhältnis der Volumenmasse des Weines (oder des Mostes) bei 20 °C zur Volumenmasse des Wassers bei ebenfalls 20 °C. Symbol: d 20/20 oder nur „d“, wenn keine Verwechslung möglich ist.

Auf den Analysenzeugnissen werden diese Kennzahlen unter Verwendung der o.a. Symbole angegeben. Es ist zweckmäßig, nur die Volumenmasse bei 20 °C zu verwenden.

Nach einem Übereinkommen ist es erforderlich, die Volumenmasse und die Dichte wegen des Einflusses der schwefligen Säure und anderer eventuell dem Wein oder Most zu Stabilisierungszwecken zugesetzter Substanzen zu korrigieren.

1.2. PRINZIP DER METHODEN

Referenzmethode: Bestimmung mit dem Pyknometer; Genauigkeit: 0,0001.

Erste gebräuchliche Methode: Bestimmung mit dem Aräometer; Genauigkeit: 0,0003.

Zweite gebräuchliche Methode: Bestimmung mit der hydrostatischen Waage; Genauigkeit: 0,0003.

Vorbehandlung

Enthält der Wein oder der Most merkliche Mengen Kohlendioxid, muß dieses zum größten Teil vorher entfernt werden, indem man 250 ml Wein in einem 1-Liter-Gefäß schüttelt oder unter leichtem Vakuum durch 2 g Watte in einem Rohr filtriert.

Ist der Wein oder Most trüb, werden je 250 ml durch ein gefaltetes Schnellfilter in einem geschlossenen Gefäß filtriert oder in verschlossenen Reagenzgläsern zentrifugiert. Das Filtrat wird in einem 250-ml-Gefäß gesammelt. Diese Behandlung ist auf dem Analysenzeugnis zu vermerken.

1.3. REFERENZMETHODE — BESTIMMUNG MIT DEM PYKNOMETER

Man verwendet ein Pyknometer aus Pyrexglas von etwa 100 ml Fassungsvermögen mit einem eingeschlifften, beweglichen Thermometer mit $\frac{1}{10}$ Gradeinteilung von 10 ° bis 30 °C.

Dieses Pyknometer besitzt seitlich ein 15 mm langes Rohr von maximal 1 mm Durchmesser, dessen Ende konisch geschliffen ist. Dieses seitliche Rohr kann mit einem „Auffangstöpsel“ verschlossen werden, der aus einem konisch geschliffenen Rohr mit ausgezogener Spitze besteht. Dieser Stöpsel dient als „Ausdehnungskammer“. Das Thermometer und die beiden Schlitze des Gerätes müssen sorgfältig geprüft und ausgearbeitet sein. Letztere kann man mit etwas Siliconfett einfetten.

Als Tara verwendet man ein Gefäß von gleicher äußerer Form wie das beschriebene Pyknometer. Das Gefäß wird fast vollständig mit einer Metallsalzlösung, z.B. Natriumchlorid, Kaliumchromat usw. gefüllt, dessen Dichte der Masse des mit einer Flüssigkeit von 1,01 Dichte gefüllten Pyknometers entspricht ⁽²⁾. Das Gefäß wird mit einer Lötlampe verschlossen. Das Gefäß soll in seiner äußeren Form so beschaffen sein, daß es dem Pyknometer in seinem Fassungsvermögen auf ± 1 ml genau entspricht.

Wägung des Pyknometers

Die Wägung des leeren Pyknometers wird auf einer Waage mit einer Empfindlichkeit von $\frac{1}{10}$ mg und einer Höchstbelastbarkeit von 200 g mit Präzisionsgewichten vorgenommen.

⁽¹⁾ Oder g/ml, nachdem 1 ml nunmehr mit 1 cm³ gleichgesetzt wird.

⁽²⁾ Ein auf diese Weise gewogenes Pyknometer kann zur Dichtebestimmung von Flüssigkeiten verwendet werden, deren Dichte unterhalb oder etwas oberhalb derjenigen des Wassers liegt, wie z.B. die Dichte von wäßrig-alkoholischen Destillaten oder trockenen Weinen. Liegt die Dichte nennenswert über 1, wie z.B. bei Süßweinen und Mosten, verwendet man dieselbe Tara und zusätzlich ein 20-g-Gewicht aus Messing. Da das Volumen dieses zusätzlichen Gewichtes klein ist, sind die Veränderungen des Luftdrucks unbedeutend. In diesem Fall benötigt man die Volumenmasse nicht mit der großen Genauigkeit, wie bei wäßrig-alkoholischen Destillaten (Messung des Alkoholgrades).

Den mit „p“ bezeichneten Gewichten neben dem leeren, trockenen Pyknometer fügt man die in diesem enthaltene Luftmasse hinzu ⁽¹⁾. Man erhält so das korrigierte Gewicht des leeren Pyknometers.

Zur Berechnung der in dem Pyknometer enthaltenen Luftmasse „m“ setzt man 1,2 g/l als Dichte der Luft ein ⁽²⁾. Man erhält die Masse „m“ der in dem Gerät enthaltenen Luft durch Multiplikation des Pyknometervolumens in ml mit 0,0012. Da bei der Angabe des Wertes „m“ eine Genauigkeit von $\frac{5}{10}$ mg ausreicht, ist dieses Volumen gleich $p - p'$, wobei p' die Gewichtsmasse darstellt, die man neben das mit Wasser gefüllte Pyknometer stellen muß, um das Gleichgewicht herzustellen.

Sodann tariert man das mit Wasser bei $t^\circ\text{C}$ gefüllte Pyknometer. Die Wassertemperatur wird mit einer Lupe am Thermometer des Pyknometers abgelesen (Genauigkeit: $0,02^\circ\text{C}$), wobei p' die Gewichte sind, die zur Herstellung des Gleichgewichts dienen.

Zur Berechnung des Volumens des Pyknometers bei 20°C ⁽³⁾ multipliziert man die Masse des Wassers bei t° , die im Pyknometer bei t° enthalten ist, mit dem Faktor F, der der Tabelle I zu entnehmen ist. Diese Tabelle gibt die umgekehrten Volumenmassen des Wassers bei t° an, korrigiert aufgrund der Dehnung des Pyknometers aus Pyrexglas zwischen t° und 20°C .

Es ist erforderlich, zur Messung der Volumenmassen der Flüssigkeit dieses Volumen zu berechnen.

Zur Berechnung der Dichte im Verhältnis zum Wasser bei 20°C muß man die Masse des Wassers bei 20°C berechnen, die in dem Pyknometer enthalten ist. Man erhält sie durch Multiplikation des Volumens bei 20°C mit 0,998203 der Volumenmasse des Wassers bei 20°C .

Es ist zweckmäßig, die Wägung dreimal nacheinander zu wiederholen, um sicher zu sein, daß bei dieser grundlegenden Operation kein Fehler unterlaufen ist ⁽⁴⁾.

Das Leergewicht des Pyknometers, das Volumen bei 20°C (wie auch die Masse des Wassers bei 20°C) sind die Kennzahlen des verwendeten Gerätes. Sie brauchen nicht bei jeder Messung neu bestimmt zu werden, wenn man eine Tara mit dem gleichen Volumen wie das volle Pyknometer verwendet. Eine regelmäßige Überprüfung, z.B. einmal im Jahr, ist jedoch zweckmäßig.

⁽¹⁾ Die Korrektur des Luftdrucks wird einmal für die gesamte Bestimmung durchgeführt.

⁽²⁾ Um ganz genau zu sein, müßten die Temperatur des Pyknometers und der Luftdruck notiert und danach die Volumenmasse der Luft berechnet werden. Das ist jedoch nur erforderlich, wenn in hochgelegenen Gebieten (über 1 400 m) und bei Temperaturen über 30°C gearbeitet wird. Eine Veränderung der Volumenmasse der Luft um 10% wirkt sich auf die Bestimmung der Dichte eines Weindestillats nur mit einem Fehler von $5 \cdot 10^{-6}$ und auf die Bestimmung des Alkoholgehalts nur mit einem Fehler von max. $0,005^\circ$ aus, kann also vernachlässigt werden.

⁽³⁾ Das so berechnete Volumen ist nicht ganz exakt, weil man den Luftdruck auf den markierten Gewichten nicht berücksichtigt hat, denn eine entsprechende Korrektur erfolgt im allgemeinen nicht. Dennoch ist es zweckmäßig, mit diesem nicht korrigierten, also fiktiven Wert zu arbeiten, um nicht an den eigentlichen Messungen eine Korrektur gleicher Art, aber mit umgekehrtem Vorzeichen vornehmen zu müssen. Das tatsächliche Volumen läßt sich durch Multiplikation des angenommenen Volumens mit 0,999857 errechnen.

⁽⁴⁾ Man kann die Berechnung vermeiden, wenn man das mit Wasser bei 20°C oder 15°C gefüllte Pyknometer tariert und die Temperatur der Thermometerskala auf $0,02^\circ\text{C}$ genau abliest.

TABELLE I

Faktor F

Mit diesen Faktoren muß die Masse des Wassers, die im *Pyknometer aus Pyrexglas* bei t° enthalten ist, multipliziert werden, um das Volumen des Pyknometers bei 20°C zu erhalten.

$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F	$t^\circ\text{C}$	F
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,1	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001290	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

Durchführung der Bestimmung

Das Pyknometer wird bei Raumtemperatur sorgfältig mit der Flüssigkeit gefüllt. Sodann setzt man das Pyknometer in einen wärmeisolierten Behälter und schüttelt die Flüssigkeit durch 2- oder 3maliges Umschwenken, bis die am Thermometer abgelesene Temperatur konstant bleibt. Man füllt genau bis zum oberen Rand des seitlichen Rohres auf, trocknet dieses Rohr ab, setzt den Auffangstöpsel auf, mißt mit der gleichen Sorgfalt wie zuvor die Temperatur t° und trocknet vorsichtig das Pyknometer ab. Dann wird das Pyknometer gewogen, wobei p'' das Gewicht ist, das für die Herstellung des Gleichgewichts sorgt.

Die Differenz zwischen der korrigierten Tara und den gekennzeichneten Gewichten ergibt die Masse der in dem Pyknometer enthaltenen Flüssigkeit (unter Berücksichtigung des Luftdrucks).

Zur Berechnung der scheinbaren Volumenmasse bei t° dividiert man diese Masse durch das Volumen bei 20°C ; zur Berechnung der scheinbaren Dichte d_t bei 20° dividiert man diese Masse durch die Masse des bei 20°C im Pyknometer enthaltenen Wassers.

1. Temperaturkorrektur

Je nach Art der untersuchten Flüssigkeit korrigiert man ρ_t und d_t bei 20° mit Hilfe einer der nachfolgenden Korrektortabellen (Tabelle II für trockenen Wein, Tabelle III für Most und Konzentrat, Tabelle IV für Süßwein, Tabelle II für alkoholfreien Destillationsrückstand, d.h. durch Destillation von vom Alkohol befreitem Wein, dessen Destillationsrückstand wieder auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllt wurde). Bei der Aufstellung dieser Tabellen wurden die Ausdehnungskoeffizienten der Flüssigkeiten und der Behälter zwischen t° und 20°C berücksichtigt.

2. Notwendige Korrekturen bei Anwesenheit von Konservierungsmitteln

Bei Anwesenheit von schwefliger Säure wird die Volumenmasse nach folgender Formel korrigiert:

$$\rho_{20} = \rho'_{20} - 0,0006 S$$

ρ'_{20} = festgestellte Volumenmasse,

ρ_{20} = korrigierte Volumenmasse,

S = gesamte schweflige Säure in mg/l.

Handelt es sich bei dem vor der Probenahme zugesetzten Konservierungsstoff um Natriumsalicylat in einer Menge von ss-Grmm je Liter, ist eine zusätzliche Korrektur von ρ'_{20} durch Abzug von 0,00043 ss erforderlich. Wurden als Konservierungsstoff ss Gramm/l Salicylsäure zugesetzt, so wird ρ'_{20} zusätzlich durch Abzug von 0,00031 ss korrigiert.

Die gleichen Korrekturen sind auch bei der Dichte $d_{20/20}$ vorzunehmen.

TABELLE II

Temperaturkorrekturtabelle der Volumenmasse von trockenen Weinen und von von Alkohol befreiten trockenen Weinen. Bestimmung mit dem Pyknometer aus Pyrexglas bei t°, bezogen auf 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1\ 000} \begin{cases} - \text{wenn } t^\circ < 20^\circ\text{C} \\ + \text{wenn } t^\circ > 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

		Alkoholgehalte																								
		0	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	
Temperaturen	10°	1,59	1,64	1,67	1,71	1,77	1,84	1,91	2,01	2,11	2,22	2,34	2,46	2,60	2,73	2,88	3,03	3,19	3,35	3,52	3,70	3,87	4,06	4,25	4,44	
	11°	1,48	1,53	1,56	1,60	1,64	1,70	1,77	1,86	1,95	2,05	2,16	2,27	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,06	3,21	3,36	3,53	3,69	3,86	4,03	
	12°	1,36	1,40	1,43	1,46	1,50	1,56	1,62	1,69	1,78	1,86	1,96	2,05	2,16	2,27	2,38	2,50	2,62	2,75	2,88	3,02	3,16	3,31	3,46	3,61	
	13°	1,22	1,26	1,28	1,32	1,35	1,40	1,45	1,52	1,59	1,67	1,75	1,83	1,92	2,01	2,11	2,22	2,32	2,44	2,55	2,67	2,79	2,92	3,05	3,18	
	14°	1,08	1,11	1,13	1,16	1,19	1,23	1,27	1,33	1,39	1,46	1,52	1,60	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,11	2,21	2,31	2,42	2,52	2,63	2,74	
	15°	0,92	0,96	0,97	0,99	1,02	1,05	1,09	1,13	1,19	1,24	1,30	1,36	1,42	1,48	1,55	1,63	1,70	1,78	1,86	1,95	2,03	2,12	2,21	2,30	
	16°	0,76	0,79	0,80	0,81	0,84	0,86	0,89	0,93	0,97	1,01	1,06	1,10	1,16	1,21	1,26	1,32	1,38	1,44	1,51	1,57	1,64	1,71	1,78	1,85	
	17°	0,59	0,61	0,62	0,63	0,65	0,67	0,69	0,72	0,75	0,78	0,81	0,85	0,88	0,95	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,25	1,30	1,35	1,40	
	18°	0,40	0,42	0,42	0,43	0,44	0,46	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,74	0,77	0,81	0,84	0,87	0,91	0,94	
	19°	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,42	0,44	0,46	0,47	
	20°																									
	21°	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,38	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	
	22°	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,54	0,56	0,59	0,61	0,63	0,66	0,69	0,71	0,74	0,77	0,80	0,83	0,87	0,90	0,93	0,97	
	23°	0,68	0,70	0,71	0,72	0,74	0,76	0,78	0,80	0,83	0,86	0,90	0,93	0,96	1,00	1,03	1,08	1,13	1,17	1,22	1,26	1,31	1,37	1,41	1,46	
	24°	0,93	0,96	0,97	0,99	1,01	1,03	1,06	1,10	1,13	1,18	1,22	1,26	1,31	1,36	1,41	1,47	1,52	1,58	1,64	1,71	1,77	1,84	1,90	1,97	
	25°	1,19	1,23	1,25	1,27	1,29	1,32	1,36	1,40	1,45	1,50	1,55	1,61	1,67	1,73	1,80	1,86	1,93	2,00	2,08	2,16	2,24	2,32	2,40	2,48	
26°	1,47	1,51	1,53	1,56	1,59	1,62	1,67	1,72	1,77	1,83	1,90	1,96	2,03	2,11	2,19	2,27	2,35	2,44	2,53	2,62	2,72	2,81	2,91	3,01		
27°	1,75	1,80	1,82	1,85	1,89	1,93	1,98	2,04	2,11	2,18	2,25	2,33	2,41	2,50	2,59	2,68	2,78	2,88	2,98	3,09	3,20	3,31	3,42	3,53		
28°	2,04	2,10	2,13	2,16	2,20	2,25	2,31	2,38	2,45	2,53	2,62	2,70	2,80	2,89	3,00	3,10	3,21	3,32	3,45	3,57	3,69	3,82	3,94	4,07		
29°	2,34	2,41	2,44	2,48	2,53	2,58	2,65	2,72	2,81	2,89	2,99	3,09	3,19	3,30	3,42	3,53	3,65	3,78	3,92	4,05	4,19	4,33	4,47	4,61		
30°	2,66	2,73	2,77	2,81	2,86	2,92	3,00	3,08	3,17	3,27	3,37	3,48	3,59	3,72	3,84	3,97	4,11	4,25	4,40	4,55	4,70	4,85	4,92	5,17		

Anmerkung: Die Tabelle kann auch zur Umrechnung der Dichte d₂₀^t in Dichte 20/20 verwendet werden.

TABELLE III

Temperaturkorrekturtabelle der Volumenmasse von Mosten und Konzentraten; Bestimmung mit dem Pyknometer oder dem Aräometer aus Pyrexglas bei t°, Resultat bezogen auf 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1\ 000} \begin{cases} - \text{wenn } t^\circ < 20^\circ\text{C} \\ + \text{wenn } t^\circ > 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

		Volumenmasse																						
		1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36	
Temperaturen	10°	2,31	2,48	2,66	2,82	2,99	3,13	3,30	3,44	3,59	3,73	3,88	4,01	4,28	4,52	4,76	4,98	5,18	5,42	5,56	5,73	5,90	6,05	
	11°	2,12	2,28	2,42	2,57	2,72	2,86	2,99	3,12	3,25	3,37	3,50	3,62	3,85	4,08	4,29	4,48	4,67	4,84	5,00	5,16	5,31	5,45	
	12°	1,92	2,06	2,19	2,32	2,45	2,58	2,70	2,82	2,94	3,04	3,15	3,26	3,47	3,67	3,85	4,03	4,20	4,36	4,51	4,65	4,78	4,91	
	13°	1,72	1,84	1,95	2,06	2,17	2,27	2,38	2,48	2,58	2,69	2,78	2,88	3,05	3,22	3,39	3,55	3,65	3,84	3,98	4,11	4,24	4,36	
	14°	1,52	1,62	1,72	1,81	1,90	2,00	2,09	2,17	2,26	2,34	2,43	2,51	2,66	2,82	2,96	3,09	3,22	3,34	3,45	3,56	3,67	3,76	
	15°	1,28	1,36	1,44	1,52	1,60	1,67	1,75	1,82	1,89	1,96	2,04	2,11	2,24	2,36	2,48	2,59	2,69	2,79	2,88	2,97	3,03	3,10	
	16°	1,05	1,12	1,18	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,55	1,60	1,66	1,71	1,81	1,90	2,00	2,08	2,16	2,24	2,30	2,37	2,43	2,49	
	17°	0,80	0,86	0,90	0,95	1,00	1,04	1,09	1,13	1,18	1,22	1,26	1,30	1,37	1,44	1,51	1,57	1,62	1,68	1,72	1,76	1,80	1,84	
	18°	0,56	0,59	0,62	0,66	0,68	0,72	0,75	0,77	0,80	0,83	0,85	0,88	0,93	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,16	1,19	1,21	1,24	
	19°	0,29	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,59	0,60	0,61	0,62	
	20°																							
	21°	0,29	0,30	0,32	0,34	0,35	0,37	0,38	0,40	0,41	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,62	
	22°	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,79	0,81	0,84	0,87	0,90	0,96	1,00	1,05	1,09	1,12	1,15	1,18	1,20	1,22	1,23	
	23°	0,89	0,94	0,99	1,03	1,08	1,12	1,16	1,20	1,25	1,29	1,33	1,37	1,44	1,51	1,57	1,63	1,67	1,73	1,77	1,80	1,82	1,84	
	24°	1,20	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,66	1,71	1,77	1,82	1,92	2,01	2,10	2,17	2,24	2,30	2,36	2,40	2,42	2,44	
	25°	1,51	1,59	1,66	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,23	2,30	2,42	2,53	2,63	2,72	2,82	2,89	2,95	2,99	3,01	3,05	
26°	1,84	1,92	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,42	2,50	2,58	2,65	2,73	2,87	3,00	3,13	3,25	3,36	3,47	3,57	3,65	3,72	3,79		
27°	2,17	2,26	2,36	2,46	2,56	2,66	2,75	2,84	2,93	3,01	3,10	3,18	3,35	3,50	3,66	3,80	3,93	4,06	4,16	4,26	4,35	4,42		
28°	2,50	2,62	2,74	2,85	2,96	3,07	3,18	3,28	3,40	3,50	3,60	3,69	3,87	4,04	4,21	4,36	4,50	4,64	4,75	4,86	4,94	5,00		
29°	2,86	2,98	3,10	3,22	3,35	3,47	3,59	3,70	3,82	3,93	4,03	4,14	4,34	4,53	4,72	4,89	5,05	5,20	5,34	5,46	5,56	5,64		
30°	3,20	3,35	3,49	3,64	3,77	3,91	4,05	4,17	4,30	4,43	4,55	4,67	4,90	5,12	5,39	5,51	5,68	5,84	5,96	6,08	6,16	6,22		

Anmerkung: Die Tabelle kann auch zur Umwandlung der Dichte d₂₀^t in Dichte 20/20 verwendet werden.

TABELLE IV

Temperaturkorrekturtabelle der Volumenmasse von Weinen mit 13% vol. oder mehr; Bestimmung mit dem Pyknometer aus Pyrexglas bei t°, bezogen auf 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{wenn } t^\circ < 20^\circ\text{C} \\ + \text{wenn } t^\circ > 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

Temperaturen	Weine 13% vol. Volumenmasse							Weine 15% vol. Volumenmasse							Weine 17% vol. Volumenmasse						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,36	2,71	3,06	3,42	3,72	3,96	4,32	2,64	2,99	3,36	3,68	3,99	4,30	4,59	2,94	3,29	3,64	3,98	4,29	4,60	4,89
11°	2,17	2,49	2,80	2,99	3,39	3,65	3,90	2,42	2,73	3,05	3,34	3,63	3,89	4,15	2,69	3,00	3,32	3,61	3,90	4,16	4,41
12°	1,97	2,25	2,53	2,79	3,05	3,29	3,52	2,19	2,47	2,75	3,01	3,27	3,51	3,73	2,42	2,70	2,98	3,24	3,50	3,74	3,96
13°	1,78	2,02	2,25	2,47	2,69	2,89	3,09	1,97	2,21	2,44	2,66	2,87	3,08	3,29	2,18	2,42	2,64	2,87	3,08	3,29	3,49
14°	1,57	1,78	1,98	2,16	2,35	2,53	2,70	1,74	1,94	2,14	2,32	2,52	2,69	2,86	1,91	2,11	2,31	2,50	2,69	2,86	3,03
15°	1,32	1,49	1,66	1,82	1,97	2,12	2,26	1,46	1,63	1,79	1,95	2,10	2,25	2,39	1,60	1,77	1,93	2,09	2,24	2,39	2,53
16°	1,08	1,22	1,36	1,48	1,61	1,73	1,84	1,18	1,32	1,46	1,59	1,71	1,83	1,94	1,30	1,44	1,58	1,71	1,83	1,95	2,06
17°	0,83	0,94	1,04	1,13	1,22	1,31	1,40	0,91	1,02	1,12	1,21	1,30	1,39	1,48	1,00	1,10	1,20	1,30	1,39	1,48	1,56
18°	0,58	0,64	0,71	0,78	0,84	0,89	0,95	0,63	0,69	0,76	0,83	0,89	0,94	1,00	0,69	0,75	0,82	0,89	0,95	1,00	1,06
19°	0,30	0,34	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,52	0,36	0,39	0,42	0,46	0,49	0,52	0,54
20°																					
21°	0,30	0,33	0,36	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46	0,49	0,51	0,35	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54
22°	0,60	0,67	0,73	0,80	0,85	0,91	0,98	0,65	0,72	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	0,71	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	1,07
23°	0,93	1,02	1,12	1,22	1,30	1,39	1,49	1,01	1,10	1,20	1,29	1,38	1,46	1,55	1,10	1,19	1,29	1,38	1,46	1,55	1,63
24°	1,27	1,39	1,50	1,61	1,74	1,84	1,95	1,37	1,49	1,59	1,72	1,84	1,95	2,06	1,48	1,60	1,71	1,83	1,95	2,06	2,17
25°	1,61	1,75	1,90	2,05	2,19	2,33	2,47	1,73	1,87	2,02	2,17	2,31	2,45	2,59	1,87	2,01	2,16	2,31	2,45	2,59	2,73
26°	1,94	2,12	2,29	2,47	2,63	2,79	2,95	2,09	2,27	2,44	2,62	2,78	2,94	3,10	2,26	2,44	2,61	2,79	2,95	3,11	3,26
27°	2,30	2,51	2,70	2,90	3,09	3,27	3,44	2,48	2,68	2,87	3,07	3,27	3,45	3,62	2,67	2,88	3,07	3,27	3,46	3,64	3,81
28°	2,66	2,90	3,13	3,35	3,57	3,86	4,00	2,86	3,10	3,23	3,55	3,77	3,99	4,20	3,08	3,31	3,55	3,76	3,99	4,21	4,41
29°	3,05	3,31	3,56	3,79	4,04	4,27	4,49	3,28	3,53	3,77	4,02	4,26	4,49	4,71	3,52	3,77	4,01	4,26	4,50	4,73	4,95
30°	3,44	3,70	3,99	4,28	4,54	4,80	5,06	3,68	3,94	4,23	4,52	4,79	5,05	5,30	3,95	4,22	4,51	4,79	5,07	5,32	5,57

Temperaturen	Weine 19% vol. Volumenmasse							Weine 21% vol. Volumenmasse						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,27	3,62	3,97	4,30	4,62	4,92	5,21	3,62	3,97	4,32	4,66	4,97	5,27	5,56
11°	2,99	3,30	3,61	3,90	4,19	4,45	4,70	3,28	3,61	3,92	4,22	4,50	4,76	5,01
12°	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49
13°	2,40	2,64	2,87	3,09	3,30	3,51	3,71	2,64	2,88	3,11	3,33	3,54	3,74	3,95
14°	2,11	2,31	2,51	2,69	2,88	3,05	3,22	2,31	2,51	2,71	2,89	3,08	3,25	3,43
15°	1,76	1,93	2,09	2,25	2,40	2,55	2,69	1,93	2,10	2,26	2,42	2,57	2,72	2,86
16°	1,43	1,57	1,70	1,83	1,95	2,08	2,18	1,56	1,70	1,84	1,97	2,09	2,21	2,32
17°	1,09	1,20	1,30	1,39	1,48	1,57	1,65	1,20	1,31	1,41	1,50	1,59	1,68	1,77
18°	0,76	0,82	0,88	0,95	1,01	1,06	1,12	0,82	0,88	0,95	1,01	1,08	1,13	1,18
19°	0,39	0,42	0,45	0,49	0,52	0,55	0,57	0,42	0,46	0,49	0,52	0,55	0,58	0,61
20°														
21°	0,38	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,41	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
22°	0,78	0,84	0,90	0,96	1,02	1,07	1,13	0,84	0,90	0,96	1,02	1,08	1,14	1,19
23°	1,19	1,28	1,38	1,47	1,55	1,64	1,72	1,29	1,21	1,48	1,57	1,65	1,74	1,82
24°	1,60	1,72	1,83	1,95	2,06	2,18	2,29	1,73	1,85	1,96	2,08	2,19	2,31	2,42
25°	2,02	2,16	2,31	2,46	2,60	2,74	2,88	2,18	2,32	2,47	2,62	2,76	2,90	3,04
26°	2,44	2,62	2,79	2,96	3,12	3,28	3,43	2,53	2,81	2,97	3,15	3,31	3,47	3,62
27°	2,88	3,08	3,27	3,42	3,66	3,84	4,01	3,10	3,30	3,47	3,69	3,88	4,06	4,23
28°	3,31	3,54	3,78	4,00	4,22	4,44	4,64	3,56	3,79	4,03	4,25	4,47	4,69	4,89
29°	3,78	4,03	4,27	4,52	4,76	4,99	5,21	4,06	4,31	4,55	4,80	5,04	5,27	5,48
30°	4,24	4,51	4,80	5,08	5,36	5,61	5,86	4,54	4,82	5,11	5,39	5,66	5,91	6,16

Beispiele

Aufstellung der Pyknometerkonstanten

Berechnung

Zahlenbeispiele

1. Wägung des mit Luft gefüllten Pyknometers

Tara: Luftgefüllter Pyknometer + p

$$p = 104,9454 \text{ g}$$

2. Wägung des mit Wasser gefüllten Pyknometers bei einer Raumtemperatur von $t^\circ\text{C}$:

Tara: Pyknometer + Wasser bei $t^\circ + p$

$$\left\{ \begin{array}{l} t^\circ = 16,20^\circ\text{C} \quad p' = 1,1616 \text{ g} \\ t^\circ = 20,50^\circ\text{C} \quad p' = 1,2396 \text{ g} \\ t^\circ = 22,30^\circ\text{C} \quad p' = 1,2777 \text{ g} \end{array} \right.$$

3. Berechnung der Masse „m“ der im Pyknometer enthaltenen Luft

Praktisch ist das Volumen des Pyknometers

= $p - p'$ mit einer Genauigkeit von $\frac{1}{1000}$. Also $m = 0,0012 (p - p')$

$$\left\{ \begin{array}{l} m = 0,1244 \text{ g;} \\ \text{die beiden anderen Messungen ergeben die gleiche Zahl} \\ \text{mit einer Genauigkeit von } 0,0001. \end{array} \right.$$

4. Konstante Charakteristika

$p + m =$ Tara des leeren Pyknometers

$$p + m = 104,9454 + 0,1244$$

Tara des leeren Pyknometers = 105,0698 g

$p + m - p' =$ Masse des reinen Wassers bei $t^\circ\text{C}$ im Pyknometer (Spalte 3)

$t^\circ\text{C}$ abgelesen	$t^\circ\text{C}$ Korr. (1)	3	4
16,20	16,07	103,9082	104,0233
20,50	20,27	103,8302	104,0226
22,30	22,04	103,7921	104,0229

$(p + m - p') \times F =$ Volumen des Pyknometers bei 20°C (Spalte 4)

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Volumen des Pyknometers bei } 20^\circ\text{C} = 104,0229 \text{ ml} \end{array} \right.$$

$(p + m - p') \times F \times 0,998203 =$ Masse des im Pyknometer bei 20°C enthaltenen reinen Wassers

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Masse des reinen Wassers bei } 20^\circ\text{C} = 103,8360 \text{ g} \end{array} \right.$$

Bestimmung der Volumenmasse eines trockenen Weines

Berechnung

Zahlenbeispiel

Tara: Pyknometer + Wein bei $t^\circ\text{C} + p''$

$$\left\{ \begin{array}{l} t^\circ\text{C} = 18,00^\circ \\ t^\circ\text{C korr.} = 17,80^\circ \\ p'' = 1,2622 \text{ g} \end{array} \right.$$

$$\rho_{t^\circ} = \frac{p + m - p''}{\text{Volumen bei } 20^\circ\text{C}}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{17,80^\circ} = \frac{105,0698 - 1,2622}{104,0229} \\ \rho_{17,80^\circ} = 0,99793 \end{array} \right.$$

Man berechnet ρ_{20} unter Zuhilfenahme der die Temperaturkorrekturen für trockene Weine enthaltenden Tabelle II

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{20} = 0,99793 \frac{0,54}{1\,000} = 0,99739 \end{array} \right.$$

(1) Thermometerkorrektur.

1.4. ERSTE GEBRÄUHLICHE METHODE

Bestimmung mit dem Aräometer

Die Geräte müssen folgendermaßen beschaffen sein: Der zylindrische Schwimmer muß ein Rohr von mindestens 3 mm Durchmesser sein. Für trockene Weine muß die Skala mit einer Gradeinteilung von $\frac{1}{1000}$ und $\frac{5}{1000}$ zwischen 0,9830 bis 1,0030 aufweisen.

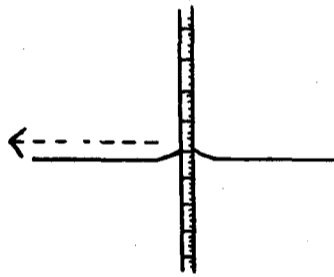
Der Abstand zwischen den Tausendstel-Markierungen muß mindestens 5 mm betragen. Zur Bestimmung der Dichte der vom Alkohol befreiten Weine sowie von Süßweinen und Mosten ist ein Satz von 5 Aräometern mit folgenden Skalenbereichen zu verwenden: 1,0000 — 1,0300; 1,0300 — 1,0600; 1,0600 — 1,0900; 1,0900 — 1,1200; 1,1200 — 1,1500. An den Skalen dieser Geräte muß die Volumenmasse bei 20 °C mindestens in Tausendstel und halben Tausendstel abzulesen sein, wobei der Abstand zwischen den Tausendstel-Markierungen mindestens 3 mm betragen muß.

Diese Aräometer müssen so graduiert sein, daß die Ablesung am höchsten Punkt des Meniskus erfolgt. Um Verwechslungen mit Aräometern zu vermeiden, deren Gradeinteilung auf 15 °C bezogen ist und bei denen die Ablesung auf der Höhe der glatten Oberfläche der Flüssigkeit erfolgt, muß entweder durch einen Vermerk an der Skala oder durch einen im Schwimmer eingeschlossenen Zettel auf die Gradeinteilung in Volumenmassen bei 20 °C und auf die Ablesung am höchsten Punkt des Meniskus hingewiesen werden.

Die Geräte müssen von einer staatlichen Institution geprüft sein.

Die Ergebnisse werden bis zur 4. Dezimale mit einer Genauigkeit von ± 3 ($\pm 0,0003$) angegeben.

Thermometer: Es muß ein geeichtes Thermometer mit mindestens 0,5 °C Gradeinteilung verwendet werden.

**Durchführung der Bestimmung**

In einen mit Hilfe eines Stativs senkrecht stehenden 320 mm hohen Meßzylinder mit einem Durchmesser von 36 mm führt man 250 ml Wein und taucht ein Aräometer in die Flüssigkeit.

Zum Zweck des Temperatenausgleichs zwischen Meßzylinder, Wein, Aräometer und Thermometer schüttelt man das Ganze und liest nach einer Minute die Temperatur ab. Sodann entfernt man das Thermometer und liest nach einer weiteren Minute die scheinbare Volumenmasse bei t° am Aräometer ab.

Zur Berechnung der Volumenmasse bei 20 °C korrigiert man die scheinbare Volumenmasse gemäß den jeweiligen Tabellen (Tabelle V für trockene Weine, Tabelle VI für Moste, Tabelle VII für Zucker enthaltende Weine) ⁽¹⁾.

Sodann wird die Volumenmasse, wie bei der Referenzmethode beschrieben, bei Anwesenheit von schwefeliger Säure und der bei der Entnahme der Probemenge möglicherweise zur Stabilisierung hinzugefügten Konservierungsmittel korrigiert.

⁽¹⁾ In diesen Tabellen ist die Korrektur c mit 2 Dezimalen angegeben, damit sie auch für die Korrektur der Volumenmasse bei Verwendung eines Pyknometers aus gewöhnlichem Glas geeignet ist. Führt man die Bestimmung mit dem Aräometer durch, benutzt man zur Korrektur nur eine Dezimale.

TABELLE V

Temperaturkorrekturtabelle der Volumenmasse von trockenen Weinen und von von Alkohol befreiten trockenen Weinen; Bestimmung mit dem Aräometer oder mit dem Pyknometer aus gewöhnlichem Glas bei t° bezogen auf 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{wenn } t^\circ < 20^\circ\text{C} \\ + \text{wenn } t^\circ > 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

		Alkoholgehalte																									
		0	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27		
Temperaturen	10°	1,45	1,51	1,55	1,58	1,64	1,70	1,78	1,88	1,98	2,09	2,21	2,34	2,47	2,60	2,75	2,90	3,06	3,22	3,39	3,57	3,75	3,93	4,12	4,31		
	11°	1,35	1,40	1,43	1,47	1,52	1,58	1,65	1,73	1,83	1,93	2,03	2,15	2,26	2,38	2,51	2,65	2,78	2,93	3,08	3,24	3,40	3,57	3,73	3,90		
	12°	1,24	1,28	1,31	1,34	1,39	1,44	1,50	1,58	1,66	1,75	1,84	1,94	2,04	2,15	2,26	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,05	3,19	3,34	3,49		
	13°	1,12	1,16	1,18	1,21	1,25	1,30	1,35	1,42	1,49	1,56	1,64	1,73	1,82	1,91	2,01	2,11	2,22	2,33	2,45	2,57	2,69	2,81	2,95	3,07		
	14°	0,99	1,03	1,05	1,07	1,11	1,14	1,19	1,24	1,31	1,37	1,44	1,52	1,59	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,13	2,23	2,33	2,44	2,55	2,66		
	15°	0,86	0,89	0,90	0,92	0,95	0,98	1,02	1,07	1,12	1,17	1,23	1,29	1,35	1,42	1,49	1,56	1,63	1,71	1,80	1,88	1,96	2,05	2,14	2,23		
	16°	0,71	0,73	0,74	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,91	0,96	0,99	1,05	1,10	1,15	1,21	1,27	1,33	1,39	1,45	1,52	1,59	1,66	1,73	1,80		
	17°	0,55	0,57	0,57	0,59	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,74	0,77	0,81	0,84	0,88	0,92	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,26	1,31	1,36		
	18°	0,38	0,39	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,68	0,71	0,74	0,78	0,81	0,85	0,88	0,91		
	19°	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46		
	20°																										
	21°	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,25	0,26	0,27	0,29	0,29	0,31	0,32	0,34	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48		
	22°	0,43	0,45	0,45	0,46	0,47	0,49	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,73	0,77	0,80	0,83	0,86	0,89	0,93	0,96		
	23°	0,67	0,69	0,70	0,71	0,72	0,74	0,77	0,79	0,82	0,85	0,88	0,91	0,95	0,99	1,03	1,07	1,12	1,16	1,21	1,25	1,30	1,35	1,40	1,45		
	24°	0,91	0,93	0,95	0,97	0,99	1,01	1,04	1,07	1,11	1,15	1,20	1,24	1,29	1,34	1,39	1,45	1,50	1,56	1,62	1,69	1,76	1,82	1,88	1,95		
	25°	1,16	1,19	1,21	1,23	1,26	1,29	1,33	1,37	1,42	1,47	1,52	1,57	1,63	1,70	1,76	1,83	1,90	1,97	2,05	2,13	2,21	2,29	2,37	2,45		
26°	1,42	1,46	1,49	1,51	1,54	1,58	1,62	1,67	1,73	1,79	1,85	1,92	1,99	2,07	2,14	2,22	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,77	2,86	2,96			
27°	1,69	1,74	1,77	1,80	1,83	1,88	1,93	1,98	2,05	2,12	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,72	2,82	2,93	3,04	3,14	3,25	3,37	3,48			
28°	1,97	2,03	2,06	2,09	2,14	2,19	2,24	2,31	2,38	2,46	2,55	2,63	2,73	2,83	2,93	3,03	3,14	3,26	3,38	3,50	3,62	3,75	3,85	4,00			
29°	2,26	2,33	2,37	2,40	2,45	2,50	2,57	2,64	2,73	2,82	2,91	2,99	3,11	3,22	3,34	3,45	3,58	3,70	3,84	3,97	4,11	4,25	4,39	4,54			
30°	2,56	2,64	2,67	2,72	2,77	2,83	2,90	2,98	3,08	3,18	3,28	3,38	3,50	3,62	3,75	3,88	4,02	4,16	4,30	4,46	4,61	4,76	4,92	5,07			

Anmerkung: Die Tabelle kann auch zur Umrechnung der Dichte d₂₀^t in Dichte 20/20 verwendet werden.

TABELLE VI

Temperaturkorrekturtabelle der Volumenmasse von Mosten und Konzentraten; Bestimmung mit dem Pyknometer aus gewöhnlichem Glas, das Resultat auf 20 °C bezogen

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{wenn } t^\circ < 20^\circ\text{C} \\ + \text{wenn } t^\circ > 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

		Volumenmasse																					
		1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36
Temperaturen	10°	2,17	2,34	2,52	2,68	2,85	2,99	3,16	3,29	3,44	3,58	3,73	3,86	4,13	4,36	4,60	4,82	5,02	5,25	5,39	5,56	5,73	5,87
	11°	2,00	2,16	2,29	2,44	2,59	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,37	3,48	3,71	3,94	4,15	4,33	4,52	4,69	4,85	5,01	5,15	5,29
	12°	1,81	1,95	2,08	2,21	2,34	2,47	2,58	2,70	2,82	2,92	3,03	3,14	3,35	3,55	3,72	3,90	4,07	4,23	4,37	4,52	4,64	4,77
	13°	1,62	1,74	1,85	1,96	2,07	2,17	2,28	2,38	2,48	2,59	2,68	2,77	2,94	3,11	3,28	3,44	3,54	3,72	3,86	3,99	4,12	4,24
	14°	1,44	1,54	1,64	1,73	1,82	1,92	2,00	2,08	2,17	2,25	2,34	2,42	2,57	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,35	3,46	3,57	3,65
	15°	1,21	1,29	1,37	1,45	1,53	1,60	1,68	1,75	1,82	1,89	1,97	2,03	2,16	2,28	2,40	2,51	2,61	2,71	2,80	2,89	2,94	3,01
	16°	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,65	1,75	1,84	1,94	2,02	2,09	2,17	2,23	2,30	2,36	2,42
	17°	0,76	0,82	0,86	0,91	0,96	1,00	1,05	1,09	1,14	1,18	1,22	1,25	1,32	1,39	1,46	1,52	1,57	1,63	1,67	1,71	1,75	1,79
	18°	0,53	0,56	0,59	0,63	0,65	0,69	0,72	0,74	0,77	0,80	0,82	0,85	0,90	0,95	0,99	1,02	1,06	1,09	1,13	1,16	1,18	1,20
	19°	0,28	0,30	0,31	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,42	0,43	0,43	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,55	0,57	0,58	0,59	0,60
	20°																						
	21°	0,28	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,60
	22°	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,93	0,97	1,02	1,06	1,09	1,12	1,15	1,17	1,19	1,19
	23°	0,85	0,90	0,95	0,99	1,04	1,08	1,12	1,16	1,21	1,25	1,29	1,32	1,39	1,46	1,52	1,58	1,62	1,68	1,72	1,75	1,77	1,79
	24°	1,15	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,48	1,54	1,60	1,65	1,71	1,76	1,86	1,95	2,04	2,11	2,17	2,23	2,29	2,33	2,35	2,37
	25°	1,44	1,52	1,59	1,67	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,22	2,34	2,45	2,55	2,64	2,74	2,81	2,87	2,90	2,92	2,96
26°	1,76	1,84	1,93	2,02	2,10	2,18	2,25	2,33	2,41	2,49	2,56	2,64	2,78	2,91	3,03	3,15	3,26	3,37	3,47	3,55	3,62	3,68	
27°	2,07	2,16	2,26	2,36	2,46	2,56	2,65	2,74	2,83	2,91	3,00	3,07	3,24	3,39	3,55	3,69	3,82	3,94	4,04	4,14	4,23	4,30	
28°	2,39	2,51	2,63	2,74	2,85	2,96	3,06	3,16	3,28	3,38	3,48	3,57	3,75	3,92	4,08	4,23	4,37	4,51	4,62	4,73	4,80	4,86	
29°	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22	3,34	3,46	3,57	3,69	3,80	3,90	4,00	4,20	4,39	4,58	4,74	4,90	5,05	5,19	5,31	5,40	5,48	
30°	3,06	3,21	3,35	3,50	3,63	3,77	3,91	4,02	4,15	4,28	4,40	4,52	4,75	4,96	5,16	5,35	5,52	5,67	5,79	5,91	5,99	6,04	

Anmerkung: Diese Tabelle kann auch für die Umwandlung der Dichte d₂₀^t in Dichte 20/20 verwendet werden.

TABELLE VII

Temperaturkorrekturtabelle der Volumenmasse von Weinen von 13 % vol. oder mehr; Bestimmung mit dem Aräometer aus gewöhnlichem Glas bei t°, bezogen auf 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1\,000} \begin{cases} - \text{wenn } t^\circ < 20^\circ\text{C} \\ + \text{wenn } t^\circ > 20^\circ\text{C} \end{cases}$$

Temperaturen	Weine 13 % vol. Volumenmasse							Weine 15 % vol. Volumenmasse							Weine 17 % vol. Volumenmasse						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	2,24	2,58	2,93	3,27	3,59	3,89	4,18	2,51	2,85	3,20	3,54	3,86	4,02	4,46	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	4,74
11°	2,06	2,37	2,69	2,97	3,26	3,63	3,78	2,31	2,61	2,93	3,21	3,51	3,64	4,02	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	4,28
12°	1,87	2,14	2,42	2,67	2,94	3,17	3,40	2,09	2,36	2,64	2,90	3,16	3,27	3,61	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	3,84
13°	1,69	1,93	2,14	2,37	2,59	2,80	3,00	1,88	2,12	2,34	2,56	2,78	2,88	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	3,39
14°	1,49	1,70	1,90	2,09	2,27	2,44	2,61	1,67	1,86	2,06	2,25	2,41	2,51	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	2,94
15°	1,25	1,42	1,59	1,75	1,90	2,05	2,19	1,39	1,56	1,72	1,88	2,03	2,11	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	2,47
16°	1,03	1,17	1,30	1,43	1,55	1,67	1,78	1,06	1,27	1,40	1,53	1,65	1,77	1,88	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	2,00
17°	0,80	0,90	1,00	1,09	1,17	1,27	1,36	0,87	0,98	1,08	1,17	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,52
18°	0,54	0,61	0,68	0,75	0,81	0,86	0,92	0,60	0,66	0,73	0,80	0,86	0,91	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	1,03
19°	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,32	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,53
20°																					
21°	0,29	0,32	0,35	0,39	0,42	0,45	0,47	0,32	0,35	0,38	0,42	0,45	0,48	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53
22°	0,57	0,64	0,70	0,76	0,82	0,88	0,93	0,63	0,69	0,75	0,81	0,87	0,93	0,98	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04
23°	0,89	0,98	1,08	1,17	1,26	1,34	1,43	0,97	1,06	1,16	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,59
24°	1,22	1,34	1,44	1,56	1,68	1,79	1,90	1,32	1,44	1,54	1,66	1,78	1,89	2,00	1,43	1,55	1,65	1,77	1,89	2,00	2,11
25°	1,61	1,68	1,83	1,98	2,12	2,26	2,40	1,66	1,81	1,96	2,11	2,25	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	2,66
26°	1,87	2,05	2,22	2,40	2,56	2,71	2,87	2,02	2,20	2,37	2,54	2,70	2,85	3,01	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	3,17
27°	2,21	2,42	2,60	2,80	3,00	3,18	3,35	2,39	2,59	2,78	2,98	3,17	3,35	3,52	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	3,71
28°	2,56	2,80	3,02	3,25	3,47	3,67	3,89	2,75	2,89	3,22	3,44	3,66	3,86	4,07	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	4,30
29°	2,93	3,19	3,43	3,66	3,91	4,14	4,37	3,16	3,41	3,65	3,89	4,13	4,36	4,59	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	4,82
30°	3,31	3,57	3,86	4,15	4,41	4,66	4,92	3,55	3,81	4,10	4,38	4,66	4,90	5,16	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	5,42

Temperaturen	Weine 19 % vol. Volumenmasse							Weine 21 % vol. Volumenmasse						
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
10°	3,14	3,48	3,83	4,17	4,48	4,78	5,07	3,50	3,84	4,19	4,52	4,83	5,12	5,41
11°	2,87	3,18	3,49	3,78	4,06	4,32	4,57	3,18	3,49	3,80	4,09	4,34	4,63	4,88
12°	2,58	2,86	3,13	3,39	3,65	3,88	4,10	2,86	3,13	3,41	3,67	3,92	4,15	4,37
13°	2,31	2,55	2,77	2,99	3,20	3,41	3,61	2,56	2,79	3,01	3,23	3,44	3,65	3,85
14°	2,03	2,23	2,43	2,61	2,80	2,96	3,13	2,23	2,43	2,63	2,81	3,00	3,16	3,33
15°	1,69	1,86	2,02	2,18	2,33	2,48	2,62	1,86	2,03	2,19	2,35	2,50	2,65	2,80
16°	1,38	1,52	1,65	1,78	1,90	2,02	2,13	1,51	1,65	1,78	1,91	2,03	2,15	2,26
17°	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,53	1,62	1,15	1,25	1,35	1,45	1,54	1,63	1,71
18°	0,73	0,79	0,85	0,92	0,98	1,03	1,09	0,79	0,85	0,92	0,98	1,05	1,10	1,15
19°	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,52	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
20°														
21°	0,37	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
22°	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04	1,10	0,81	0,88	0,94	1,00	1,06	1,10	1,17
23°	1,15	1,30	1,34	1,43	1,51	1,60	1,68	1,25	1,34	1,44	1,63	1,61	1,70	1,78
24°	1,55	1,67	1,77	1,89	2,00	2,11	2,23	1,68	1,80	1,90	2,02	2,13	2,25	2,36
25°	1,95	2,09	2,24	2,39	2,53	2,67	2,71	2,11	2,25	2,40	2,55	2,69	2,83	2,97
26°	2,36	2,54	2,71	2,89	3,04	3,20	3,35	2,55	2,73	2,90	3,07	3,22	3,38	3,54
27°	2,79	2,99	3,18	3,38	3,57	3,75	3,92	3,01	3,20	3,40	3,59	3,78	3,96	4,13
28°	3,20	3,44	3,66	3,89	4,11	4,32	4,53	3,46	3,69	3,93	4,15	4,36	4,58	4,77
29°	3,66	3,92	4,15	4,40	4,64	4,87	5,08	3,95	4,20	4,43	4,68	4,92	5,15	5,36
30°	4,11	4,37	4,66	4,94	5,22	5,46	5,71	4,42	4,68	4,97	5,25	5,53	5,77	6,02

UMRECHNUNG DER RELATIVEN DICHTEN IN VOLUMENMASSE

TABELLE VIII

Berechnung der Volumenmasse ρ_{20} aus der Dichte 20/20 und umgekehrt (*)

$$\rho_{20} = 0,998203 d_{20/20} \text{ und } d_{20/20} = 1,001800 \rho_{20}$$

oder vereinfacht:

$$\rho_{20} = d_{20/20} - \frac{c}{1000}$$

Dichte	0,960	0,980	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100
Korrektur c	1,73	1,76	1,80	1,84	1,87	1,91	1,94	1,98
Dichte	1,120	1,140	1,160	1,180	1,200	1,220	1,240	1,260
Korrektur c	2,02	2,05	2,09	2,12	2,16	2,20	2,23	2,27
Dichte		1,280	1,300	1,320	1,340	1,360	1,380	1,400
Korrektur c		2,30	2,34	2,38	2,41	2,45	2,48	2,52

Anmerkung:

(*) Die Dichten 15/4° und 20/4° entsprechen praktisch den Volumenmassen bei 15° und 20°. Der Unterschied beträgt exakt $27 \cdot 10^{-6}$, da die Volumenmasse des Wassers bei 4° = 0,999973 g/ml oder g/cm³ ist.

Folglich ist

$$\begin{aligned} \rho_{20} &= 0,998203 d_{20/20} \text{ oder } d_{20/20} = 1,001800 \rho_{20} \\ d_{20/4} &= 0,998230 d_{20/20} \text{ oder } d_{20/20} = 1,001773 d_{20/4} \\ d_{15/4} &= 0,999130 d_{15/15} \text{ oder } d_{15/15} = 1,000870 d_{15/4}. \end{aligned}$$

ÜBEREINSTIMMUNG ZWISCHEN DEN DICHTEN MIT KORRIGIERTEM LUFTDRUCK UND DEN NICHT KORRIGIERTEN DICHTEN UND UMGEKEHRT

TABELLE IX

Umwandlungstabelle für die Dichten, in Luft gemessen und im Vakuum gemessen

$$d(\text{Vakuum}) = d(\text{Luft}) + \frac{c}{1000}, \text{ gültig für 15 und 20 } ^\circ\text{C}$$

d	c	d	c
0,80	0,24	1,01	-0,01
0,81	0,23	1,02	-0,02
0,82	0,22	1,03	-0,04
0,83	0,20	1,04	-0,05
0,84	0,19	1,05	-0,06
0,85	0,18	1,06	-0,07
0,86	0,17	1,07	-0,08
0,87	0,16	1,08	-0,10
0,88	0,15	1,09	-0,11
0,89	0,13	1,10	-0,12
0,90	0,12	1,11	-0,13
0,91	0,11	1,12	-0,15
0,92	0,10	1,13	-0,16
0,93	0,09	1,14	-0,17
0,94	0,07	1,15	-0,18
0,95	0,06	1,16	-0,19
0,96	0,05	1,17	-0,20
0,97	0,04	1,18	-0,22
0,98	0,02	1,19	-0,23
0,99	0,01	1,20	-0,24

1.5. ERGÄNZUNG ZUR REFERENZMETHODE

BESTIMMUNG MIT DEM PYKNOMETER AUF EINER EINARMIGEN WAAGE

Prinzip

Die Referenzmethode zur Bestimmung der Volumenmasse von Mosten und Weinen und zur Bestimmung des Alkoholgehalts der Weine basiert auf der Verwendung einer zweiarmigen Waage und eines Pyknometers in Verbindung mit einer äußerlich vollkommen gleichgestalteten Tara zur Ausschaltung des Luftdrucks. Diese einfache Methode läßt sich auch bei einer einarmigen Waage anwenden, wenn man die zeitlichen Änderungen des Luftdrucks durch zusätzliches Wägen der Tara berücksichtigt:

- Bei der Aufstellung der Konstanten des Pyknometers wird das Gewicht des leeren Pyknometers, sein Volumen bei 20 °C und das Gewicht T_0 der Tara bestimmt.
- Bei der Bestimmung einer Volumenmasse wird noch einmal das Gewicht T_1 der Tara bestimmt und das Gewicht des mit Flüssigkeit gefüllten Pyknometers um den rechnerisch ermittelten Wert der Differenz zwischen T_0 und T_1 korrigiert. Die weiteren Berechnungen werden wie oben beschrieben durchgeführt.

Durchführung der Bestimmung1. *Feststellung der Konstanten des Pyknometers*

Folgende Merkmale des Pyknometers werden festgestellt:

- Luft-Leergewicht P_0 ,
- sein Volumen bei 20 °C V_{20} .
- Zum gleichen Zeitpunkt wird genau das Gewicht der Tara T_0 notiert.

Das Gewicht der Tara T_0 erhält man durch einfache Wägung auf 0,1 mg genau.

Das Gewicht des luftleeren Pyknometers P_0 ist das Gewicht P des gereinigten und trockenen mit Luft gefüllten Pyknometers abzüglich der darin enthaltenen Luftmasse m . Man erhält die Luftmasse m durch Multiplikation der Volumenmasse der Luft mit dem Volumen des Pyknometers. Bei durchschnittlichen Temperatur- und Druckverhältnissen kann man für die Volumenmasse der Luft den Wert 0,0012 g/ml annehmen. Im übrigen kann man auch bei der Berechnung von m davon ausgehen, daß das Volumen des Pyknometers zahlenmäßig = $P_1 - P$ ist, wobei P_1 für das Gewicht des mit Wasser gefüllten Pyknometers steht, das bei der Bestimmung der Wassermasse im Pyknometer bei t °C ermittelt wurde.

Demnach ist $P_0 = P - m$; $m = 0,0012 (P_1 - P)$.

Um das Volumen des Pyknometers bei 20 °C zu erhalten, bestimmt man das Gewicht p_1 des mit Wasser luftblasenfrei bis zur Marke aufgefüllten Pyknometers bei t °C. Diese Temperatur muß auf 0,02 °C genau gemessen werden.

Die Masse M_t des im Pyknometer enthaltenen Wassers bei t °C ist dann

$$M_t = P_1 - P_0$$

Multipliziert man M_t mit dem in der Tabelle I angegebenen Faktor F (siehe Seite 5) (Produkt aus der umgekehrten Volumenmasse des Wassers bei t °C und dem Verhältnis des Pyknometervolumens bei t °C zum Volumen bei 20 °C), erhält man das Volumen des Pyknometers bei 20 °C:

$$V_{20} = F (P_1 - P_0)$$

2. *Bestimmung einer Volumenmasse*

Bei der Bestimmung stellt man zunächst mit einer Genauigkeit von 0,1 mg das Gewicht T_1 der Tara fest.

Anschließend wägt man das mit Flüssigkeit (Most, Wein oder Destillat) gefüllte Pyknometer bei t °C. P_2 bezeichnet dieses Gewicht.

Die Differenz $dT = T_1 - T_0$ gibt die Luftdruckschwankungen an.

Die Masse L_t der im Pyknometer bei t °C enthaltenen Flüssigkeit ist $L_t = P_2 - (P_0 + dT)$.

Hier ist selbstverständlich auf das Vorzeichen von dT zu achten. Die scheinbare Volumenmasse q^t entspricht dem Verhältnis von L_t zu V_{20} :

$$q^t = \frac{P_2 - (P_0 + dT)}{V_{20}}$$

Ausgehend von der scheinbaren Volumenmasse bei t °C bestimmt man, wie auf S. 5 beschrieben, die Volumenmasse bei 20 °C der untersuchten Flüssigkeit (Trockenwein, natürlicher oder konzentrierter Most, Süßwein, alkoholfreier Rückstand).

Zahlenbeispiel

1. Eichung des Pyknometers:

Gewicht der Tara: $T_0 = 171,9160$ Gewicht des luftgefüllten Pyknometers: $P = 67,7913$ Gewicht des wassergefüllten Pyknometers bei 21,65 °C: $P_1 = 169,2715$ Im Pyknometer enthaltene Luftmasse: $m = 0,0012 (169,2715 - 67,7913) = 0,1218$ Gewicht des luftleeren Pyknometers: $P_0 = 67,7913 - 0,1218 = 67,6695$ Volumen des Pyknometers bei 20 °C: $V_{20\text{ °C}} = 1,002140 (169,2715 - 67,6695)$
 $= 101,8194 \text{ ml oder } 0,1018194 \text{ dm}^3$

2. Bestimmung der scheinbaren Volumenmasse eines Weines:

Gewicht der Tara bei der Bestimmung: $T_1 = 171,9178$ Mit Wein gefülltes Pyknometer bei 18 °C: $P_2 = 169,2799$ Luftdruckabweichung: $dT = 171,9178 - 171,9160 = 0,0018$ Masse des Weines bei 18 °C: $L_t = 169,2799 - (67,6695 + 0,0018) = 101,6086$ Scheinbare Volumenmasse des Weines bei 18 °C:
 $\rho_{18\text{ °C}} = \frac{101,6086}{101,8194} = 0,99793 \text{ g/ml}$

3. Berechnung der Volumenmasse bei 20 °C

Siehe Seite 5.

ZWEITE GEBRÄUHLICHE METHODE

Bestimmung der Dichte mittels der hydrostatischen Waage

Geräte und Eichung des Schwimmers

Hydrostatische Waage mit einer Höchstbelastbarkeit bis zu 100 g; Empfindlichkeit 0,1 mg.

Unter jeder Schale befindet sich ein Schwimmer aus Pyrexglas⁽¹⁾ von mindestens 20 ml Volumen; ein Volumen von 50 oder 100 ml ist vorzuziehen. Diese beiden identischen Schwimmer hängen an einem Draht von höchstens 0,1 mm Durchmesser. Der unter der rechten Schale befestigte Schwimmer taucht in einen Meßzylinder und ist mit einer Wasserstandsmarke versehen. Der Innendurchmesser des Meßzylinders muß mindestens 6 mm mehr betragen als der Durchmesser des Schwimmers. Der Schwimmer taucht somit in die im Meßzylinder befindliche Flüssigkeit ein, so daß die Flüssigkeit den Faden berührt. Die Temperatur der im Meßzylinder enthaltenen Flüssigkeit wird mittels eines Thermometers mit 1/5-Grad-Skala gemessen.

Tarierung des Gerätes

Das Gleichgewicht der Waage wird (in Luftatmosphäre) eingestellt, indem man auf die rechte Schale die mit p bezeichneten Gewichte auflegt.

Der Meßzylinder wird mit reinem Wasser bis zur Markierung aufgefüllt und die Temperatur t °C nach Umrühren und 2 bis 3 Minuten anschließendem Stehenlassen gemessen. Dann wird das Gleichgewicht erneut eingestellt, indem auf die rechte Schale markierte Gewichte — p' — aufgelegt werden.

Das Volumen des Schwimmers bei 20 °C beträgt⁽²⁾: $V_{20} = (p' - p) (F + 0,0012)$;

⁽¹⁾ Es können auch Schwimmer aus gewöhnlichem Glas verwendet werden; der eine der beiden Schwimmer — der Schwimmer, der in die Flüssigkeit eingetaucht wird, deren Volumenmasse zu messen ist — kann ein Thermometer für die Messung der Flüssigkeitstemperatur enthalten. In diesem Fall hat die Tarierung des Schwimmers bei 20 °C zu erfolgen, da die Koeffizienten F nicht für Behälter und Schwimmer aus gewöhnlichem Glas berechnet sind, das einen höheren Dehnungskoeffizienten als Pyrexglas besitzt.

⁽²⁾ Dieses Volumen ist fiktiv, da hierbei der Luftdruck auf die markierten Gewichte nicht berücksichtigt wird. Dieses fiktive Volumen sollte vorzugsweise beibehalten werden, um nicht an den eigentlichen Messungen eine Korrektur gleicher Art, aber mit umgekehrten Vorzeichen vornehmen zu müssen. Das Realvolumen kann durch Multiplikation von V_{20} mit dem Koeffizienten 0,999857 erhalten werden.

hierbei sind:

F der in der Tabelle I angegebene Faktor,
p und V_{20} die Charakteristiken des Schwimmers; sie variieren nicht mit dem Luftdruck, da dieser durch den Tara-Schwimmer der linken Schale kompensiert wird.

Durchführung der Bestimmung

Der Schwimmer taucht in den mit Wein (oder mit Most) bis zur Marke gefüllten Meßzylinder ein. Bei t °C für die Temperatur des Weines (oder des Mostes) und p'' für die markierten Gewichte, die zur Einstellung des Gleichgewichts aufgelegt werden, berechnet sich die Volumenmasse p nach folgender Formel:

$$e_t = \frac{(p'' - p)}{V} + 0,0012$$

Die so berechnete Volumenmasse wird mittels einer der Tabellen II, III oder IV, wenn der Schwimmer aus Pyrexglas besteht, oder einer der Tabellen V, VI oder VII, wenn der Schwimmer aus gewöhnlichem Glas besteht, umgerechnet.

Die Verwendung einer automatischen hydrostatischen Waage ist zulässig, wenn sie die Ermittlung der Volumenmasse bei 20 °C mit derselben Meßgenauigkeit erlaubt.

2. ALKOHOLGEHALT (in % vol.) (auf das Volumen bezogener Alkoholgrad)

2.1. DEFINITION

Der vorhandene Alkoholgehalt wird durch die Abkürzung „% vol.“ ausgedrückt. Er ist gleich der Anzahl Liter Äthanol ⁽¹⁾, die in 100 Liter Wein enthalten sind. Beide Volumina werden bei 20 °C gemessen ⁽²⁾.

2.2. PRINZIP DER METHODEN

a) Weine

aa) Referenzmethode: doppelte Destillation und Messung der Dichte des Destillats mit dem Pyknometer. Genauigkeit: 0,05 % vol.

bb) Gebräuchliche Methode: einfache Destillation der alkalisierten Flüssigkeit und Messung der Volumenprozent mit einem Aräometer. Genauigkeit: 0,1 % vol.

b) Moste und teilweise gegorene Moste mit einem vorhandenen Alkoholgehalt von 6 % vol. oder weniger.

aa) Referenzmethode: chemische Alkoholbestimmung.

bb) Die gebräuchliche Methode entspricht dem unter a) bb) angegebenen Verfahren.

2.3. REFERENZMETHODE — WEINE

Apparate

1. Destillationsapparatur. — Diese besteht aus einem 1-Liter-Normalschliffkolben mit einer 20 cm langen Rektifizierkolonne oder, wenn diese nicht vorhanden ist, einer Kjeldahlbirne zur Verhinderung eines Überschäumens. Um jegliches Anbrennen der Extrastoffe auszuschließen, wird der mit Gas erhitzte Kolben auf eine Platte mit einer Öffnung von 8 cm Durchmesser gestellt. Der Dampf wird durch einen senkrecht stehenden Westkühler ⁽³⁾ geleitet. Das Destillat wird mit Hilfe eines Einleitungsrohres bis zum Boden des Auffanggefäßes geführt. Im Sommer muß dieser Kolben in Eiswasser tauchen.

Es kann jede Art von Destillationsapparatur, ebenso wie jede Form der Alkoholkondensation oder Destillation im Wasserdampfstrom unter der Voraussetzung angewendet werden, daß die verwendete Apparatur den folgenden Bedingungen genügt: 200 ml einer wäßrig-alkoholischen Mischung mit 10 % vol. Alkohol müssen nach fünfmaliger Destillation noch mindestens 9,9 % vol. Alkohol aufweisen; d. h. daß der Alkoholverlust während einer Destillation nicht mehr als 0,02 % vol. betragen darf.

2. Pyknometer. — Dieses Gerät entspricht dem für die Messung der Volumenmasse angegebenen. Die Tara muß eine etwas größere Masse aufweisen (1 bis 2 Gramm mehr), als das mit Wasser gefüllte Pyknometer. Die Eichung erfolgt gemäß den Vorschriften für diese Messung (Siehe Kapitel „Volumenmasse und relative Dichte 20/20“ Seite 3).

Durchführung der Bestimmung

Jungweine oder Schaumweine sind vorher durch Schütteln von der Hauptmenge ihres Kohlendioxids zu befreien. Hierzu werden 250 ml Wein in einem 500-ml-Kolben, der vorher mit 3 Tropfen einer 1% igen Siliconlösung benetzt und getrocknet wurde, geschüttelt.

1. Destillation. — In einem 200-ml-Meßkolben, dessen Halsinnendurchmesser höchstens 12 mm beträgt, wird der zu analysierende Wein abgemessen und die Temperatur festgestellt. Es kann auch eine kleinere oder größere Weinmenge verwendet werden, jedoch mindestens 150 ml.

⁽¹⁾ Da in der Praxis der Äthanol nicht vollständig von seinen Homologen, die in geringen Mengen im Wein vorkommen, getrennt wird, werden sämtliche flüchtigen Alkohole als Äthanol bestimmt. Auch der Alkoholanteil der Ester ist im Alkoholgehalt enthalten.

⁽²⁾ Die Alkoholmenge kann auch in Gramm in 1 Liter bei 20 °C angegeben werden; hierzu werden die Alkoholvolumenprozent mit dem Faktor 7,8924 multipliziert.

⁽³⁾ Dieser Kühler besteht aus einem dünnen Glaszylinder in einer gläsernen Hülse, deren innerer Durchmesser nur 1 mm weiter ist als der äußere Durchmesser des zu kühlenden Zylinders. Dabei strömt das Kühlwasser sehr rasch an den zu kühlenden Wänden vorbei.

Dieser Wein wird nun in den Destillierkolben umgefüllt, der etwa 10 Siedesteinchen aus porösem, inertem Material, wie Porzellan, gefrittetes Glas, Bimsstein usw. enthält. Der Meßkolben wird 4 mal mit je 5 ml Wasser ausgespült. Sodann fügt man 10 ml Kalkmilch — 120 g CaO/Liter — hinzu. Die Farbe des Weines muß durch die Alkalisierung umschlagen. Wird ein sehr saurer Wein — essigstichiger Wein usw. — untersucht, fügt man Kalkmilch bis zum Farbumschlag von Phenolphthalein (Tüpfeln) zu. Das Destillat wird in einem 200-ml-Kolben, in dem sich etwa 10 ml destilliertes Wasser befindet, in welches das vom Kühler herkommende Einleitungsrohr eintaucht, aufgefangen.

Es müssen drei Viertel des Ausgangsvolumens überdestilliert werden. Das Destillat wird unter Zusatz von 1 ml einer 10%igen Schwefelsäure und der zur Aktivierung der Destillation notwendigen Siedesteinchen aus porösem, inertem, trockenem Material sowie nach wiederum 4maligem Ausspülen des Kolbens mit je 5 ml Wasser noch einmal destilliert.

Dieses neue Destillat wird in dem gleichen Kolben, der zur Messung des Ausgangsvolumens diente und der ebenfalls wieder etwa 10 ml Wasser enthält, aufgefangen. Nach dem Schütteln füllt man den Kolben bei einer Temperatur, die von der Ausgangstemperatur nicht mehr als $\pm 2^\circ\text{C}$ abweicht, bis zur Marke auf.

2. Messung der Volumenmasse des Destillats. — Man füllt bei Zimmertemperatur das Pyknometer sorgfältig mit dem Destillat, bringt das Pyknometer in einen Thermostaten, schwenkt 2 bis 3 mal um, bis die Thermometeranzeige konstant bleibt. Man füllt genau bis zum Rand des seitlichen Rohres auf, trocknet dieses ab, setzt den Stopfen auf und liest sorgfältig, wie oben angegeben, die Temperatur t° ab. Das Pyknometer wird sorgfältig getrocknet und gewogen. p'' = Gewicht, das zur Herstellung des Gleichgewichts benötigt wird.

Die Differenz $p + m - p''$ zwischen der korrigierten Tara und der Masse p'' stellt die Masse der im Pyknometer enthaltenen Flüssigkeit (einschließlich Luftkorrektur) dar.

Man berechnet daraus die scheinbare Volumenmasse ρ_t , indem man diese Masse durch das Volumen bei 20°C dividiert.

3. Anwendung der von der internationalen Tabelle abgeleiteten Tabelle der scheinbaren Volumenmassen ρ_t von wässrig-alkoholischen Mischungen. — In der Tabelle sucht man entlang der Zeile, die den ganzzahligen Temperaturgraden unmittelbar unter der gemessenen Temperatur t° entspricht, den ρ_t nächst höheren Volumen Massenwert. Man verwendet die darunterstehende Tabellendifferenz, um die Volumenmasse ρ bei diesem ganzzahligen Temperaturwert zu berechnen.

Auf der Zeile dieses ganzzahligen Temperaturwerts liest man die Differenz zwischen der Volumenmasse ρ' in der Tabelle unmittelbar über ρ und der berechneten Volumenmasse ab. Diese Differenz wird durch die Tabellendifferenz, die rechts von der Volumenmasse ρ' abgelesen wird, dividiert. Der Quotient gibt die Alkoholvolumenprozentage in Dezimalen an, deren ganze Zahlen oberhalb der Kolonne, in der sich der Volumenmassewert ρ' befindet, angegeben sind.

Anmerkung:

Man kann jegliche Berechnung bei den täglichen Messungen vermeiden, wenn man grundsätzlich eine spezielle Tabelle für jedes Pyknometer aufstellt, in der die Gewichte ρ'' bei der Auswaage für jedes Alkoholprozent und für jeden ganzzahligen Temperaturgrad enthalten sind.

Diese Tabelle wird mit Hilfe der „Tabelle der scheinbaren Volumenmassen für Alkoholvolumenprozentage und ganzzahlige Temperaturgrade“ berechnet, indem man die in der Tabelle angegebenen Volumenmassen mit dem Volumen des Pyknometers bei 20°C multipliziert und diese Massen von dem Gewicht $p + m$ subtrahiert.

Aus dieser für ganzzahlige Volumenprozentage und ganzzahlige Temperaturgrade berechneten Tabelle kann man durch arithmetische Interpolation die Gewichte p'' für die Zehntel der Alkoholvolumenprozentage und der Temperaturgrade ableiten.

Beispiel für die Berechnung des Alkoholgehalts eines Weines

Die Pyknometerkonstanten sind wie im Abschnitt „Volumenmasse und Dichte“ angegeben, bestimmt und berechnet worden.

<i>Berechnung</i>	<i>Zahlenbeispiel</i>
1. Auswaage des mit Destillat gefüllten Pyknometers:	
Tara = Pyknometer + Destillat bei $t^{\circ}\text{C} + p''$	$\left\{ \begin{array}{l} t^{\circ}\text{C} = 18,90^{\circ}\text{C} \\ t^{\circ}\text{C korr.} = 18,70^{\circ}\text{C} \\ p'' = 2,8074 \text{ g} \end{array} \right.$
$p + m - p'' =$ Masse des Destillats bei $t^{\circ}\text{C}$	$\left. \right\} 105,0698 - 2,8074 = 102,2624 \text{ g}$
Scheinbare Volumenmasse bei $t^{\circ}\text{C}$	$\left. \right\} \rho_{18,70^{\circ}} = \frac{102,2624}{104,0229} = 0,983076$
$\rho_t = \frac{p + m - p''}{\text{Volumen des Pyknometers bei } 20^{\circ}\text{C}}$	
2. Berechnung des Alkoholgehalts:	
Man bezieht sich auf die Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wäßrig-alkoholischen Mischungen bei verschiedenen Temperaturen (siehe oben).	<p>Auf Zeile 18°C der Tabelle der scheinbaren Volumenmassen ist die der ermittelten gemessenen Masse $0,983076$ nächsthöhere Masse $0,98398 = 11\% \text{ vol.}$</p> <p>Die Volumenmasse bei $18^{\circ}\text{C} =$ $(98307,6 + 0,7 \times 22) 10^{-5} = 0,98323$ $0,98398 - 0,98323 = 0,00075$</p> <p>Zehntel der Alkoholvolumenprocente = $75 : 116 = 0,65$</p> <p>Der Alkoholgehalt beträgt somit $11,65\% \text{ vol.}$</p>

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wässrig-alkoholischen Mischungen — Pyknometer aus Pyrex-Glas — Volumenmassen bei t° mit Luftdruckkorrektur
Alkoholgehalt in % vol.

		0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
Temperatur	0	999,64	1,50	998,14	1,44	996,70	1,40	995,30	1,35	993,95	1,30	992,65	1,24	991,41	1,19	990,22	1,14	989,08	1,10	987,98	1,05	986,93	1,00	985,93	0,95
	1	+ 0,07 999,71	1,51	+ 0,06 998,20	1,44	+ 0,06 996,76	1,40	+ 0,06 995,36	1,35	+ 0,06 994,01	1,30	+ 0,06 992,71	1,24	+ 0,06 991,47	1,20	+ 0,05 990,27	1,15	+ 0,04 989,12	1,11	+ 0,03 988,01	1,06	+ 0,02 986,95	1,01	+ 0,01 985,94	0,97
	2	+ 0,05 999,76	1,51	+ 0,05 998,25	1,45	+ 0,04 996,80	1,40	+ 0,04 995,40	1,35	+ 0,04 994,05	1,30	+ 0,04 992,75	1,25	+ 0,03 991,50	1,20	+ 0,03 990,30	1,16	+ 0,02 989,14	1,11	+ 0,02 988,03	1,07	+ 0,01 986,96	1,02	0,00 985,94	0,98
	3	+ 0,03 999,79	1,51	+ 0,03 998,28	1,45	+ 0,03 996,83	1,41	+ 0,02 995,42	1,35	+ 0,02 994,07	1,30	+ 0,02 992,77	1,25	+ 0,01 991,52	1,21	+ 0,01 990,31	1,16	+ 0,01 989,15	1,12	0,00 988,03	1,08	0,00 986,95	1,03	0,00 985,92	1,00
	4	+ 0,02 999,81	1,51	+ 0,02 998,30	1,46	+ 0,01 996,84	1,40	+ 0,02 995,44	1,36	+ 0,01 994,08	1,30	+ 0,01 992,78	1,26	0,00 991,52	1,21	0,00 990,31	1,17	0,01 989,14	1,13	0,01 988,01	1,09	0,02 986,92	1,04	0,04 985,88	1,00
	5	0,00 999,81	1,51	0,00 998,30	1,46	0,00 996,84	1,40	0,00 995,44	1,37	0,01 994,07	1,31	0,02 992,76	1,26	0,02 991,50	1,21	0,02 990,29	1,17	0,02 989,12	1,14	0,03 987,98	1,10	0,04 986,88	1,05	0,05 985,83	1,01
	6	0,01 999,80	1,51	0,01 998,29	1,46	0,01 996,83	1,41	0,02 995,42	1,36	0,01 994,06	1,32	0,02 992,74	1,27	0,03 991,47	1,22	0,04 990,25	1,18	0,05 989,07	1,14	0,05 987,93	1,10	0,06 986,83	1,06	0,06 985,77	1,03
	7	0,03 999,77	1,51	0,03 998,26	1,46	0,03 996,80	1,41	0,03 995,39	1,37	0,04 994,02	1,32	0,04 992,70	1,27	0,04 991,43	1,23	0,05 990,20	1,19	0,06 989,01	1,15	0,06 987,86	1,11	0,07 986,75	1,07	0,07 985,68	1,03
	8	0,05 999,72	1,50	0,04 998,22	1,46	0,04 996,76	1,42	0,05 995,34	1,37	0,05 993,97	1,32	0,05 992,65	1,27	0,05 991,38	1,24	0,06 990,14	1,19	0,06 988,95	1,16	0,07 987,79	1,12	0,07 986,67	1,08	0,09 985,59	1,05
	9	0,05 999,67	1,51	0,06 998,16	1,46	0,06 996,70	1,42	0,06 995,28	1,37	0,06 993,91	1,32	0,06 992,59	1,28	0,07 991,31	1,24	0,07 990,07	1,20	0,08 988,87	1,17	0,08 987,70	1,13	0,09 986,57	1,09	0,10 985,48	1,06
	10	0,07 999,60	1,51	0,07 998,09	1,46	0,07 996,63	1,42	0,07 995,21	1,37	0,07 993,84	1,33	0,08 992,51	1,28	0,08 991,23	1,25	0,09 989,98	1,20	0,09 988,78	1,17	0,10 987,60	1,14	0,10 986,46	1,10	0,11 985,36	1,06
	11	0,09 999,51	1,51	0,09 998,00	1,46	0,09 996,54	1,41	0,08 995,13	1,38	0,09 993,75	1,33	0,09 992,42	1,29	0,10 991,13	1,25	0,10 989,88	1,21	0,11 988,67	1,18	0,11 987,49	1,15	0,12 986,34	1,11	0,13 985,23	1,07
	12	0,10 999,41	1,50	0,09 997,91	1,46	0,09 996,45	1,42	0,10 995,03	1,38	0,10 993,65	1,34	0,11 992,31	1,29	0,11 991,02	1,25	0,11 989,77	1,22	0,12 988,55	1,19	0,12 987,36	1,15	0,13 986,21	1,12	0,14 985,09	1,09
	13	0,11 999,30	1,50	0,11 997,80	1,46	0,11 996,34	1,42	0,11 994,92	1,38	0,11 993,54	1,34	0,12 992,20	1,30	0,12 990,90	1,25	0,12 989,65	1,23	0,13 988,42	1,20	0,13 987,22	1,16	0,14 986,06	1,13	0,15 984,93	1,09
	14	0,12 999,18	1,50	0,12 997,68	1,46	0,12 996,22	1,43	0,13 994,79	1,38	0,13 993,41	1,34	0,13 992,07	1,30	0,13 990,77	1,26	0,14 989,51	1,23	0,14 988,28	1,21	0,15 987,07	1,17	0,15 985,90	1,13	0,16 984,77	1,11
	15	0,13 999,05	1,51	0,14 997,54	1,46	0,14 996,08	1,42	0,13 994,66	1,38	0,13 993,28	1,35	0,14 991,93	1,30	0,14 990,63	1,27	0,15 989,36	1,24	0,15 988,12	1,21	0,16 986,91	1,18	0,16 985,73	1,14	0,17 984,59	1,12
	16	0,15 998,90	1,50	0,14 997,40	1,46	0,14 995,94	1,43	0,15 994,51	1,38	0,15 993,13	1,35	0,15 991,78	1,31	0,16 990,47	1,27	0,16 989,20	1,25	0,17 987,95	1,21	0,17 986,74	1,19	0,18 985,55	1,15	0,19 984,40	1,13
	17	0,16 998,74	1,50	0,16 997,24	1,46	0,16 995,78	1,43	0,16 994,35	1,38	0,16 992,97	1,36	0,17 991,61	1,31	0,17 990,30	1,28	0,18 989,02	1,25	0,18 987,77	1,22	0,19 986,55	1,19	0,20 985,36	1,16	0,21 984,20	1,14
	18	0,17 998,57	1,50	0,17 997,07	1,46	0,17 995,61	1,42	0,17 994,19	1,39	0,17 992,80	1,36	0,18 991,44	1,32	0,18 990,12	1,28	0,18 988,84	1,26	0,19 987,58	1,23	0,20 986,35	1,20	0,21 985,15	1,17	0,22 983,98	1,14
	19	0,18 998,39	1,50	0,18 996,89	1,46	0,18 995,43	1,43	0,19 994,00	1,39	0,19 992,61	1,36	0,19 991,25	1,32	0,20 989,93	1,29	0,20 988,64	1,26	0,20 987,38	1,23	0,21 986,15	1,21	0,22 984,94	1,18	0,23 983,76	1,16
	20	0,19 998,20	1,50	0,19 996,70	1,46	0,19 995,24	1,43	0,19 993,81	1,39	0,19 992,42	1,36	0,20 991,06	1,33	0,20 989,73	1,29	0,20 988,44	1,27	0,21 987,17	1,24	0,22 985,93	1,22	0,23 984,71	1,19	0,24 983,52	1,16
Temperatur	20	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16
	21	0,20 998,00	1,50	0,20 996,50	1,46	0,20 995,04	1,43	0,20 993,61	1,40	0,21 992,21	1,36	0,21 990,85	1,33	0,21 989,52	1,30	0,22 988,22	1,27	0,22 986,95	1,25	0,23 985,70	1,23	0,24 984,47	1,19	0,24 983,28	1,18
	22	0,21 997,79	1,50	0,21 996,29	1,46	0,21 994,83	1,43	0,21 993,40	1,40	0,22 992,00	1,37	0,22 990,63	1,33	0,22 989,30	1,31	0,23 987,99	1,28	0,23 986,71	1,25	0,24 985,46	1,23	0,24 984,23	1,21	0,25 983,02	1,18
	23	0,22 997,57	1,50	0,22 996,07	1,47	0,23 994,60	1,43	0,23 993,17	1,40	0,23 991,77	1,37	0,23 990,40	1,34	0,24 989,06	1,31	0,24 987,75	1,28	0,24 986,47	1,26	0,25 985,21	1,24	0,25 983,97	1,20	0,26 982,77	1,20
	24	0,24 997,33	1,49	0,23 995,84	1,47	0,23 994,37	1,43	0,23 992,94	1,41	0,24 991,53	1,37	0,24 990,16	1,34	0,24 988,82	1,32	0,25 987,50	1,29	0,25 986,21	1,26	0,26 984,95	1,25	0,26 983,70	1,22	0,27 982,48	1,20
	25	0,24 997,09	1,50	0,25 995,59	1,46	0,24 994,13	1,44	0,25 992,69	1,40	0,25 991,29	1,38	0,25 989,91	1,35	0,26 988,56	1,32	0,26 987,24	1,29	0,26 985,95	1,27	0,27 984,68	1,26	0,27 983,42	1,22	0,28 982,20	1,21
	26	0,25 996,84	1,50	0,25 995,34	1,47	0,26 993,87	1,43	0,25 992,44	1,41	0,26 991,03	1,38	0,26 989,65	1,35	0,26 988,30	1,32	0,28 986,98	1,31	0,28 985,67	1,27	0,28 984,40	1,26	0,28 983,14	1,24	0,30 981,90	1,22
	27	0,26 996,58	1,50	0,26 995,08	1,47	0,26 993,61	1,44	0,27 992,17	1,41	0,27 990,76	1,38	0,27 989,38	1,35	0,27 988,03	1,33	0,28 986,70	1,31	0,28 985,39	1,28	0,29 984,11	1,27	0,29 982,84	1,24	0,30 981,60	1,23
	28	0,27 996,31	1,50	0,27 994,81	1,47	0,27 993,34	1,44	0,27 991,90	1,42	0,28 990,48	1,38	0,28 989,10	1,36	0,29 987,74	1,33	0,29 986,41	1,31	0,29 985,10	1,29	0,30 983,81	1,28	0,30 982,53	1,25	0,31 981,28	1,23
	29	0,28 996,03	1,50	0,28 994,53	1,47	0,28 993,06	1,45	0,29 991,61	1,41	0,29 990,20	1,39	0,29 988,81	1,36	0,29 987,45	1,34	0,30 986,11	1,32	0,30 984,79	1,29	0,31 983,50	1,28	0,31 982,22	1,26	0,32 980,96	1,24
	30	0,28 995,75	1,51	0,29 994,24	1,47	0,29 992,77	1,45	0,29 991,32	1,42	0,30 989,90	1,39	0,30 988,51	1,37	0,30 987,14	1,34	0,31 985,80	1,32	0,31 984,48	1,30	0,31 983,18	1,28	0,32 981,90	1,27	0,33 980,63	1,25
	31	0,30 995,45	1,51	0,30 993,94	1,47	0,30 992,47	1,45	0,30 991,02	1,43	0,31 989,59	1,39	0,31 988,20	1,37	0,31 986,83	1,34	0,31 985,49	1,33	0,32 984,16	1,31	0,32 982,85	1,29	0,33 981,56	1,27	0,34 980,29	1,26
	32	0,31 995,14	1,51	0,31 993,63	1,47	0,31 992,16	1,46	0,32 990,70	1,42	0,32 989,28	1,40	0,32 987,88	1,37	0,32 986,51	1,35	0,33 985,16	1,33	0,33 983,83	1,32	0,33 982,51	1,30	0,34 981,21	1,28	0,35 979,93	1,26
	33	0,31 994,83	1,51	0,31 993,32	1,48	0,32 991,84	1,46	0,32 990,38	1,42	0,32 988,96	1,41	0,33 987,55	1,37	0,33 986,18	1,36	0,33 984,82	1,34	0,34 983,48	1,32	0,34 982,16	1,30	0,35 980,86	1,28	0,35 979,58	1,28
	34	0,32 994,51	1,52	0,33 992,99	1,48	0,33 991,51	1,46	0,33 990,05																	

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wässrig-alkoholischen Mischungen — Pyknometer aus Pyrex-Glas — Volumenmassen bei t°, mit Luftdruckkorrektur

Alkoholgehalt in % vol.

Temperatur	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21		
	0	1,00	0,95	0,92	0,88	0,84	0,80	0,78	0,75	0,73	0,72	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70		
0	986,93	1,00	985,93	984,96	984,06	983,18	982,34	981,54	980,76	980,01	979,28	978,56	977,86	977,17	976,48	975,79	975,10	974,41	973,72	973,03	972,34	971,65	970,96	970,27	
1	+ 0,02 986,95	1,01	+ 0,01 985,94	0,01 984,97	0,01 984,05	0,03 983,15	0,04 982,30	0,07 981,47	0,08 980,68	0,10 979,91	0,12 979,16	0,14 978,42	0,17 977,69	0,20 976,96	0,23 976,23	0,26 975,50	0,29 974,77	0,32 974,04	0,35 973,31	0,38 972,58	0,41 971,85	0,44 971,12	0,47 970,39	0,50 969,66	0,53 968,93
2	+ 0,01 986,96	1,02	0,00 985,94	0,01 984,96	0,03 984,02	0,04 983,11	0,07 982,23	0,08 981,39	0,10 980,58	0,12 979,79	0,14 979,02	0,16 978,26	0,18 977,51	0,21 976,76	0,23 976,01	0,26 975,26	0,29 974,51	0,32 973,76	0,35 973,01	0,38 972,26	0,41 971,51	0,44 970,76	0,47 970,01	0,50 969,26	0,53 968,51
3	0,01 986,95	1,03	0,02 985,92	0,04 984,92	0,05 983,97	0,06 983,05	0,07 982,16	0,09 981,30	0,11 980,47	0,13 979,66	0,15 978,87	0,17 978,09	0,20 977,32	0,23 976,55	0,26 975,78	0,29 975,01	0,32 974,24	0,35 973,47	0,38 972,70	0,41 971,93	0,44 971,16	0,47 970,39	0,50 969,62	0,53 968,85	0,56 968,08
4	0,03 986,92	1,04	0,04 985,88	0,06 984,88	0,07 983,91	0,08 983,01	0,09 982,07	0,11 981,20	0,13 980,35	0,15 979,52	0,17 978,71	0,20 977,91	0,23 977,12	0,26 976,33	0,29 975,54	0,32 974,75	0,35 973,96	0,38 973,17	0,41 972,38	0,44 971,59	0,47 970,80	0,50 970,01	0,53 969,22	0,56 968,43	0,59 967,64
5	0,04 986,88	1,05	0,05 985,83	0,06 984,82	0,07 983,84	0,08 982,89	0,09 981,97	0,11 981,08	0,13 980,21	0,15 979,37	0,17 978,54	0,20 977,72	0,23 976,90	0,26 976,08	0,29 975,26	0,32 974,44	0,35 973,62	0,38 972,80	0,41 971,98	0,44 971,16	0,47 970,34	0,50 969,52	0,53 968,70	0,56 967,88	0,59 967,06
6	0,05 986,83	1,06	0,06 985,77	0,08 984,74	0,09 983,75	0,10 982,79	0,12 981,85	0,13 980,95	0,14 980,07	0,16 979,20	0,18 978,35	0,21 977,51	0,23 976,68	0,26 975,84	0,29 975,01	0,32 974,17	0,35 973,34	0,38 972,51	0,41 971,68	0,44 970,85	0,47 970,02	0,50 969,19	0,53 968,36	0,56 967,53	0,59 966,70
7	0,08 986,75	1,07	0,09 985,68	0,09 984,65	0,10 983,65	0,12 982,67	0,13 981,72	0,15 980,80	0,16 979,91	0,18 979,02	0,20 978,16	0,23 977,30	0,26 976,44	0,29 975,58	0,32 974,72	0,35 973,86	0,38 973,00	0,41 972,14	0,44 971,28	0,47 970,42	0,50 969,56	0,53 968,70	0,56 967,84	0,59 966,98	0,62 966,12
8	0,08 986,67	1,08	0,09 985,59	0,11 984,54	0,12 983,52	0,13 982,54	0,15 981,58	0,16 980,65	0,18 979,73	0,20 978,83	0,22 977,95	0,25 977,07	0,28 976,20	0,31 975,32	0,34 974,44	0,37 973,56	0,40 972,68	0,43 971,80	0,46 970,92	0,49 970,04	0,52 969,16	0,55 968,28	0,58 967,40	0,61 966,52	0,64 965,64
9	0,10 986,57	1,09	0,11 985,48	0,12 984,42	0,12 983,40	0,14 982,40	0,16 981,42	0,17 980,47	0,19 979,54	0,20 978,62	0,22 977,73	0,25 976,83	0,28 975,93	0,31 975,03	0,34 974,13	0,37 973,23	0,40 972,33	0,43 971,43	0,46 970,53	0,49 969,63	0,52 968,73	0,55 967,83	0,58 966,93	0,61 966,03	0,64 965,13
10	0,11 986,46	1,10	0,12 985,36	0,14 984,30	0,16 983,26	0,18 982,24	0,20 981,25	0,22 980,29	0,24 979,34	0,26 978,42	0,29 977,50	0,32 976,59	0,35 975,68	0,38 974,77	0,41 973,86	0,44 972,95	0,47 972,04	0,50 971,13	0,53 970,22	0,56 969,31	0,59 968,40	0,62 967,49	0,65 966,58	0,68 965,67	0,71 964,76
11	0,12 986,34	1,11	0,13 985,23	0,14 984,16	0,16 983,10	0,18 982,08	0,20 981,08	0,22 980,10	0,24 979,14	0,26 978,20	0,29 977,25	0,32 976,32	0,35 975,39	0,38 974,46	0,41 973,53	0,44 972,60	0,47 971,67	0,50 970,74	0,53 969,81	0,56 968,88	0,59 967,95	0,62 967,02	0,65 966,09	0,68 965,16	0,71 964,23
12	0,13 986,21	1,12	0,14 985,09	0,16 984,00	0,18 982,94	0,20 981,90	0,22 980,89	0,24 979,89	0,26 978,92	0,29 977,95	0,32 977,00	0,35 976,05	0,38 975,11	0,41 974,17	0,44 973,23	0,47 972,29	0,50 971,35	0,53 970,41	0,56 969,47	0,59 968,53	0,62 967,59	0,65 966,65	0,68 965,71	0,71 964,77	0,74 963,83
13	0,15 986,06	1,13	0,16 984,93	0,18 983,84	0,20 982,76	0,22 981,71	0,24 980,69	0,26 979,68	0,29 978,69	0,32 977,71	0,35 976,74	0,38 975,77	0,41 974,81	0,44 973,85	0,47 972,89	0,50 971,93	0,53 970,97	0,56 969,99	0,59 969,03	0,62 968,07	0,65 967,11	0,68 966,15	0,71 965,19	0,74 964,23	0,77 963,27
14	0,16 985,90	1,13	0,16 984,77	0,18 983,66	0,20 982,58	0,22 981,51	0,24 980,47	0,26 979,45	0,29 978,45	0,32 977,45	0,35 976,45	0,38 975,45	0,41 974,45	0,44 973,45	0,47 972,45	0,50 971,45	0,53 970,45	0,56 969,45	0,59 968,45	0,62 967,45	0,65 966,45	0,68 965,45	0,71 964,45	0,74 963,45	0,77 962,45
15	0,17 985,73	1,14	0,18 984,59	0,20 983,47	0,22 982,38	0,24 981,30	0,26 980,25	0,29 979,21	0,32 978,20	0,35 977,19	0,38 976,19	0,41 975,19	0,44 974,19	0,47 973,19	0,50 972,19	0,53 971,19	0,56 970,19	0,59 969,19	0,62 968,19	0,65 967,19	0,68 966,19	0,71 965,19	0,74 964,19	0,77 963,19	0,80 962,19
16	0,18 985,55	1,15	0,19 984,40	0,20 983,27	0,22 982,16	0,24 981,08	0,26 980,01	0,29 978,97	0,32 977,93	0,35 976,91	0,38 975,89	0,41 974,88	0,44 973,87	0,47 972,86	0,50 971,85	0,53 970,84	0,56 969,83	0,59 968,82	0,62 967,81	0,65 966,80	0,68 965,79	0,71 964,78	0,74 963,77	0,77 962,76	0,80 961,75
17	0,19 985,36	1,16	0,20 984,20	0,22 983,06	0,24 981,94	0,26 980,85	0,29 979,77	0,32 978,71	0,35 977,66	0,38 976,62	0,41 975,59	0,44 974,56	0,47 973,53	0,50 972,50	0,53 971,47	0,56 970,44	0,59 969,41	0,62 968,38	0,65 967,35	0,68 966,32	0,71 965,29	0,74 964,26	0,77 963,23	0,80 962,20	0,83 961,17
18	0,21 985,15	1,17	0,22 983,98	0,24 982,84	0,26 981,71	0,29 980,60	0,32 979,51	0,35 978,44	0,38 977,38	0,41 976,33	0,44 975,28	0,47 974,24	0,50 973,19	0,53 972,14	0,56 971,09	0,59 970,04	0,62 968,99	0,65 967,94	0,68 966,89	0,71 965,84	0,74 964,79	0,77 963,74	0,80 962,69	0,83 961,64	0,86 960,59
19	0,21 984,94	1,18	0,22 983,76	0,24 982,60	0,26 981,47	0,29 980,35	0,32 979,25	0,35 978,16	0,38 977,09	0,41 976,02	0,44 974,96	0,47 973,90	0,50 972,84	0,53 971,78	0,56 970,72	0,59 969,66	0,62 968,60	0,65 967,54	0,68 966,48	0,71 965,42	0,74 964,36	0,77 963,30	0,80 962,24	0,83 961,18	0,86 960,12
20	0,23 984,71	1,19	0,24 983,52	0,26 982,36	0,29 981,21	0,32 980,08	0,35 978,97	0,38 977,87	0,41 976,79	0,44 975,71	0,47 974,63	0,50 973,56	0,53 972,48	0,56 971,41	0,59 970,34	0,62 969,27	0,65 968,20	0,68 967,13	0,71 966,06	0,74 964,99	0,77 963,92	0,80 962,85	0,83 961,78	0,86 960,71	0,89 959,64

Temperatur	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
	20	1,19	1,16	1,15	1,13	1,11	1,10	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	1,08	
20	984,71	1,19	983,52	982,36	981,21	980,08	978,97	977,87	976,79	975,71	974,63	973,56	972,48	971,41	970,34	969,27	968,20	967,13	966,06	964,99	963,92	962,85	961,78	960,71
21	0,24 984,47	1,19	0,24 983,28	0,26 982,10	0,28 980,95	0,30 979,81	0,32 978,69	0,35 977,58	0,38 976,48	0,41 975,38	0,44 974,29	0,47 973,20	0,50 972,11	0,53 971,02	0,56 969,93	0,59 968,84	0,62 967,75	0,65 966,66	0,68 965,57	0,71 964,48	0,74 963,39	0,77 962,30	0,80 961,21	0,83 960,12
22	0,24 984,23	1,21	0,26 983,02	0,27 981,84	0,28 980,67	0,30 979,52	0,32 978,39	0,35 977,27	0,38 976,15	0,41 975,05	0,44 973,94	0,47 972,84	0,50 971,74	0,53 970,64	0,56 969,54	0,59 968,44	0,62 967,34	0,65 966,24	0,68 965,14	0,71 964,04	0,74 962,94	0,77 961,84	0,80 960,74	
23	0,26 983,97	1,20	0,25 982,77	0,27 981,57	0,28 980,39	0,30 979,23	0,32 978,08	0,35 976,95	0,38 975,82	0,41 974,70	0,44 973,59	0,47 972,47	0,50 971,35	0,53 970,24	0,56 969,13	0,59 968,02	0,62 966,91	0,65 965,80	0,68 964,69	0,71 963,58	0,74 962,47	0,77 961,36	0,80 960,25	
24	0,27 983,70	1,22	0,29 982,48	0,29 981,28	0,31 980,10	0,32 978,93	0,35 977,77	0,38 976,62	0,41 975,49	0,44 974,35														

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wäßrig-alkoholischen Mischungen — Pyknometer aus Pyrex-Glas — Volumenmassen bei t°, mit Luftdruckkorrektur

Alkoholgehalt in % vol.

Temperatur	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
0	978,56	0,70	977,86	0,70	977,16	0,69	976,47	0,71	975,76	0,71	975,05	0,72	974,33	0,75	973,56	0,78	972,81	0,80	972,01	0,83	971,18	0,87	970,31	0,90
1	978,42 0,14 0,16	0,73	977,69 0,17 0,18	0,72	976,97 0,19 0,20	0,72	976,25 0,22 0,23	0,73	975,52 0,24 0,25	0,73	974,79 0,26 0,28	0,75	974,04 0,29 0,30	0,77	973,27 0,31 0,32	0,80	972,47 0,34 0,34	0,82	971,65 0,36 0,37	0,86	970,79 0,39 0,39	0,89	969,90 0,41 0,41	0,92
2	978,26 0,17	0,75	977,51 0,19	0,74	976,77 0,22	0,75	976,02 0,23	0,75	975,27 0,26	0,76	974,51 0,28	0,77	973,74 0,31	0,79	972,95 0,33	0,82	972,13 0,36	0,85	971,28 0,38	0,88	970,40 0,40	0,91	969,49 0,42	0,95
3	978,09 0,18	0,77	977,32 0,20	0,77	976,55 0,22	0,76	975,79 0,25	0,78	975,01 0,27	0,78	974,23 0,29	0,80	973,43 0,31	0,81	972,62 0,34	0,85	971,77 0,36	0,87	970,90 0,38	0,90	970,00 0,40	0,93	969,07 0,43	0,98
4	977,91 0,19	0,79	977,12 0,22	0,79	976,33 0,23	0,79	975,54 0,26	0,80	974,74 0,27	0,80	973,94 0,30	0,82	973,12 0,33	0,84	972,28 0,35	0,87	971,41 0,37	0,89	970,52 0,39	0,92	969,60 0,42	0,96	968,64 0,44	1,00
5	977,72	0,82	976,90	0,80	976,10	0,82	975,28	0,81	974,47	0,83	973,64	0,85	972,79	0,86	971,93	0,89	971,04	0,91	970,13	0,95	969,18	0,98	968,20	1,01
6	977,51 0,21	0,83	976,68 0,23	0,83	975,85 0,25	0,83	975,02 0,28	0,84	974,18 0,30	0,85	973,33 0,32	0,87	972,46 0,34	0,86	971,58 0,36	0,91	970,67 0,38	0,94	969,73 0,40	0,97	968,76 0,42	1,00	967,76 0,44	1,03
7	977,30 0,23	0,85	976,45 0,25	0,85	975,60 0,27	0,86	974,74 0,28	0,86	973,88 0,31	0,87	973,01 0,33	0,89	972,12 0,35	0,90	971,22 0,37	0,93	970,29 0,40	0,96	969,33 0,42	0,99	968,34 0,43	1,02	967,32 0,46	1,06
8	977,07 0,24	0,87	976,20 0,26	0,87	975,33 0,28	0,87	974,46 0,30	0,89	973,57 0,31	0,89	972,68 0,34	0,91	971,77 0,35	0,92	970,85 0,38	0,96	969,89 0,39	0,98	968,91 0,41	1,00	967,91 0,44	1,05	966,86 0,46	1,07
9	976,83 0,24	0,89	975,94 0,26	0,89	975,05 0,28	0,89	974,16 0,30	0,90	973,26 0,33	0,92	972,34 0,34	0,92	971,42 0,37	0,95	970,47 0,39	0,97	969,50 0,41	1,00	968,50 0,43	1,03	967,47 0,45	1,07	966,40 0,46	1,09
10	976,59	0,91	975,68	0,91	974,77	0,91	973,86	0,93	972,93	0,93	972,00	0,95	971,05	0,97	970,08	0,99	969,09	1,02	968,07	1,05	967,02	1,08	965,94	1,12
11	976,32 0,27	0,93	975,39 0,28	0,92	974,47 0,31	0,94	973,53 0,32	0,94	972,59 0,34	0,95	971,64 0,36	0,97	970,67 0,38	0,99	969,68 0,40	1,01	968,67 0,42	1,04	967,63 0,44	1,07	966,56 0,45	1,09	965,47 0,48	1,13
12	976,05 0,28	0,94	975,11 0,30	0,95	974,16 0,31	0,95	973,21 0,33	0,96	972,25 0,35	0,97	971,28 0,37	0,99	970,29 0,39	1,01	969,28 0,41	1,03	968,25 0,43	1,06	967,19 0,45	1,08	966,11 0,47	1,12	964,99 0,49	1,15
13	975,77 0,28	0,96	974,81 0,30	0,96	973,85 0,32	0,97	972,88 0,34	0,98	971,90 0,36	0,99	970,91 0,38	1,01	969,90 0,40	1,03	968,87 0,41	1,05	967,82 0,43	1,08	966,74 0,45	1,10	965,64 0,47	1,14	964,50 0,49	1,17
14	975,49 0,30	0,98	974,51 0,32	0,98	973,53 0,34	0,99	972,54 0,35	1,00	971,54 0,37	1,01	970,53 0,39	1,03	969,50 0,40	1,04	968,46 0,42	1,07	967,39 0,44	1,10	966,29 0,46	1,12	965,17 0,48	1,16	964,01 0,49	1,19
15	975,19	1,00	974,19	1,00	973,19	1,00	972,19	1,02	971,17	1,03	970,14	1,04	969,10	1,06	968,04	1,09	966,95	1,12	965,83	1,14	964,69	1,17	963,52	1,21
16	974,88 0,32	1,01	973,87 0,33	1,02	972,85 0,35	1,02	971,83 0,37	1,03	970,80 0,39	1,05	969,75 0,40	1,06	968,69 0,42	1,08	967,61 0,44	1,11	966,50 0,45	1,13	965,37 0,48	1,18	964,21 0,50	1,20	963,01 0,50	1,22
17	974,56 0,32	1,02	973,54 0,35	1,04	972,50 0,36	1,04	971,46 0,37	1,05	970,41 0,39	1,06	969,35 0,41	1,08	968,27 0,43	1,10	967,17 0,45	1,12	966,05 0,47	1,16	964,89 0,48	1,18	963,71 0,49	1,20	962,51 0,52	1,24
18	974,24 0,34	1,05	973,19 0,35	1,05	972,14 0,36	1,05	971,09 0,39	1,07	970,02 0,40	1,08	968,94 0,42	1,10	967,84 0,43	1,12	966,72 0,45	1,14	965,58 0,47	1,17	964,41 0,48	1,19	963,22 0,50	1,23	961,99 0,52	1,25
19	973,90 0,34	1,06	972,84 0,36	1,06	971,78 0,38	1,08	970,70 0,39	1,08	969,62 0,41	1,10	968,52 0,42	1,11	967,41 0,45	1,14	966,27 0,46	1,16	965,11 0,47	1,18	963,93 0,49	1,21	962,72 0,51	1,25	961,47 0,52	1,27
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,96	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29

Temperatur	20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,96	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
21	973,20 0,36	1,09	972,11 0,37	1,09	971,02 0,40	1,11	969,91 0,41	1,12	968,79 0,42	1,13	967,66 0,44	1,15	966,51 0,45	1,16	965,35 0,48	1,20	964,15 0,49	1,21	962,94 0,51	1,25	961,69 0,52	1,27	960,42 0,54	1,31
22	972,84 0,37	1,10	971,74 0,39	1,12	970,62 0,40	1,12	969,50 0,42	1,13	968,37 0,43	1,15	967,22 0,45	1,16	966,06 0,47	1,19	964,87 0,48	1,21	963,66 0,49	1,23	962,43 0,51	1,26	961,17 0,53	1,29	959,88 0,55	1,32
23	972,47 0,38	1,12	971,35 0,40	1,13	970,22 0,41	1,14	969,08 0,42	1,14	967,94 0,44	1,17	966,77 0,45	1,18	965,59 0,47	1,20	964,39 0,49	1,22	963,17 0,51	1,25	961,92 0,52	1,28	960,64 0,54	1,31	959,33 0,55	1,33
24	972,09 0,39	1,14	970,95 0,40	1,14	969,81 0,42	1,15	968,66 0,43	1,16	967,50 0,45	1,18	966,32 0,47	1,20	965,12 0,48	1,22	963,90 0,49	1,24	962,66 0,51	1,26	961,40 0,53	1,30	960,10 0,54	1,32	958,78 0,55	1,35
25	971,70	1,15	970,55	1,16	969,39	1,16	968,23	1,18	967,05	1,20	965,85	1,21	964,64	1,23	963,41	1,26	962,15	1,28	960,87	1,31	959,56	1,33	958,23	1,37
26	971,30 0,40	1,16	970,14 0,42	1,17	968,97 0,43	1,18	967,79 0,45	1,20	966,59 0,46	1,21	965,38 0,48	1,23	964,15 0,49	1,24	962,91 0,51	1,27	961,64 0,53	1,30	960,34 0,54	1,32	959,02 0,56	1,36	957,66 0,59	1,38
27	970,90 0,41	1,18	969,72 0,43	1,18	968,54 0,45	1,20	967,34 0,46	1,21	966,13 0,47	1,23	964,90 0,48	1,24	963,66 0,50	1,26	962,40 0,52	1,29	961,11 0,54	1,31	959,80 0,56	1,34	958,46 0,57	1,36	957,10 0,59	1,40
28	970,49 0,42	1,20	969,29 0,43	1,20	968,09 0,45	1,21	966,88 0,47	1,22	965,66 0,49	1,24	964,42 0,50	1,26	963,16 0,52	1,28	961,88 0,53	1,31	960,57 0,55	1,33	959,24 0,55	1,35	957,89 0,56	1,38	956,51 0,58	1,41
29	970,07 0,44	1,21	968,86 0,45	1,22	967,64 0,46	1,23	966,41 0,47	1,24	965,17 0,49	1,25	963,92 0,50	1,28	962,64 0,51	1,29	961,35 0,53	1,31	960,04 0,55	1,35	958,69 0,55	1,36	957,33 0,58	1,40	955,93 0,58	1,42
30	969,63	1,22	968,41	1,23	967,18	1,24	965,94	1,26	964,68	1,26	963,42	1,29	962,13	1,31	960,82	1,33	959,49	1,35	958,14	1,39	956,75	1,40	955,35	1,44
31	969,19 0,44	1,23	967,96 0,46	1,24	966,72 0,47	1,26	965,46 0,48	1,27	964,19 0,50	1,28	962,91 0,51	1,30	961,61 0,53	1,32	960,29 0,54	1,35	958,94 0,55	1,37	957,57 0,57	1,40	956,17 0,58	1,42	954,75 0,59	1,44
32	968,75 0,45	1,25	967,50 0,46	1,25	966,25 0,48	1,27	964,98 0,49	1,29	963,69 0,50	1,29	962,40 0,52	1,32	961,08 0,53	1,33	959,75 0,55	1,36	958,39 0,57	1,39	957,00 0,57	1,41	955,59 0,59	1,43	954,16 0,61	1,46
33	968,30 0,46	1,26	967,																					

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wäßrig-alkoholischen Mischungen — Pyknometer aus gewöhnlichem Glas —
Volumenmassen bei t°, mit Luftdruckkorrektur

Alkoholgehalt in % vol.

		0		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		11	
Temperatur	0	999,34	1,52	997,82	1,45	996,37	1,39	994,98	1,35	993,63	1,29	992,34	1,24	991,10	1,18	989,92	1,15	988,77	1,09	987,68	1,05	986,63	1,00	985,63	0,96
	1	+ 0,09 999,43	1,52	+ 0,09 997,91	1,45	+ 0,09 996,46	1,40	+ 0,08 995,06	1,35	+ 0,08 993,71	1,29	+ 0,08 992,42	1,25	+ 0,07 991,17	1,20	+ 0,05 989,97	1,15	+ 0,05 988,82	1,10	+ 0,04 987,72	1,06	+ 0,03 986,66	1,01	+ 0,02 985,65	0,97
	2	+ 0,06 999,49	1,52	+ 0,06 997,97	1,45	+ 0,06 996,52	1,40	+ 0,06 995,12	1,35	+ 0,06 993,77	1,30	+ 0,05 992,47	1,25	+ 0,05 991,22	1,21	+ 0,04 990,01	1,16	+ 0,03 988,85	1,11	+ 0,02 987,74	1,06	+ 0,02 986,68	1,02	+ 0,01 985,66	0,98
	3	+ 0,05 999,54	1,52	+ 0,05 998,02	1,46	+ 0,04 996,56	1,40	+ 0,04 995,16	1,35	+ 0,04 993,81	1,30	+ 0,04 992,51	1,26	+ 0,03 991,25	1,21	+ 0,03 990,04	1,16	+ 0,03 988,88	1,12	+ 0,02 987,76	1,08	0,00 986,68	1,03	0,01 985,65	0,99
	4	+ 0,03 999,57	1,52	+ 0,03 998,05	1,46	+ 0,03 996,59	1,40	+ 0,03 995,19	1,36	+ 0,02 993,83	1,30	+ 0,02 992,53	1,26	+ 0,02 991,27	1,22	+ 0,01 990,05	1,17	0,00 988,88	1,13	0,01 987,75	1,08	0,01 986,67	1,04	0,02 985,63	1,00
	5	+ 0,02 999,59	1,52	+ 0,02 998,07	1,46	+ 0,02 996,61	1,40	+ 0,02 995,21	1,36	+ 0,02 993,85	1,31	+ 0,01 992,54	1,27	0,00 991,27	1,22	0,00 990,05	1,17	0,00 988,88	1,14	0,01 987,74	1,09	0,02 986,65	1,05	0,03 985,60	1,02
	6	0,00 999,59	1,52	0,00 998,07	1,46	0,00 996,61	1,41	0,01 995,20	1,36	0,01 993,84	1,31	0,01 992,53	1,27	0,01 991,26	1,23	0,02 990,03	1,18	0,03 988,85	1,14	0,03 987,71	1,10	0,04 986,61	1,07	0,06 985,54	1,02
	7	0,01 999,58	1,52	0,01 998,06	1,46	0,01 996,60	1,41	0,01 995,19	1,36	0,01 993,83	1,32	0,02 992,51	1,27	0,02 991,24	1,23	0,02 990,01	1,19	0,03 988,82	1,15	0,04 987,67	1,11	0,05 986,56	1,08	0,06 985,48	1,04
	8	0,03 999,55	1,52	0,03 998,03	1,46	0,03 996,57	1,41	0,03 995,16	1,37	0,04 993,79	1,32	0,04 992,47	1,28	0,05 991,19	1,23	0,05 989,96	1,20	0,06 988,76	1,16	0,07 987,60	1,11	0,08 986,49	1,09	0,08 985,40	1,05
	9	0,04 999,51	1,52	0,04 997,99	1,46	0,04 996,53	1,41	0,04 995,12	1,37	0,04 993,75	1,32	0,04 992,43	1,29	0,05 991,14	1,24	0,06 989,90	1,20	0,06 988,70	1,16	0,07 987,54	1,13	0,08 986,41	1,09	0,08 985,32	1,06
	10	0,06 999,51	1,52	0,06 997,99	1,46	0,06 996,53	1,41	0,06 995,12	1,37	0,06 993,75	1,32	0,07 992,43	1,29	0,07 991,14	1,24	0,07 989,90	1,20	0,08 988,70	1,16	0,09 987,54	1,13	0,10 986,41	1,09	0,11 985,32	1,06
	11	0,07 999,38	1,51	0,06 997,87	1,46	0,06 996,41	1,42	0,07 994,99	1,37	0,07 993,62	1,33	0,07 992,29	1,29	0,07 991,00	1,25	0,08 989,75	1,22	0,09 988,53	1,18	0,10 987,35	1,14	0,10 986,21	1,11	0,11 985,10	1,08
	12	0,09 999,29	1,51	0,09 997,78	1,46	0,09 996,32	1,42	0,09 994,90	1,37	0,09 993,53	1,33	0,09 992,20	1,30	0,10 990,90	1,26	0,10 989,64	1,22	0,11 988,42	1,18	0,11 987,24	1,15	0,12 986,09	1,12	0,13 984,97	1,09
	13	0,09 999,20	1,51	0,09 997,69	1,46	0,09 996,23	1,42	0,09 994,81	1,38	0,10 993,43	1,33	0,10 992,10	1,30	0,10 990,80	1,26	0,10 989,54	1,23	0,11 988,31	1,19	0,12 987,12	1,16	0,13 985,96	1,13	0,14 984,83	1,10
	14	0,11 999,09	1,51	0,11 997,58	1,46	0,11 996,12	1,42	0,11 994,70	1,38	0,11 993,32	1,34	0,12 991,98	1,30	0,12 990,68	1,27	0,12 989,41	1,23	0,13 988,18	1,20	0,14 986,98	1,17	0,15 985,81	1,14	0,16 984,67	1,11
	15	0,12 998,97	1,51	0,12 997,46	1,46	0,12 996,00	1,42	0,12 994,58	1,38	0,12 993,20	1,34	0,13 991,86	1,31	0,13 990,55	1,27	0,13 989,28	1,24	0,14 988,04	1,20	0,14 986,84	1,18	0,15 985,66	1,15	0,16 984,51	1,12
	16	0,13 998,84	1,51	0,13 997,33	1,46	0,13 995,87	1,42	0,13 994,45	1,39	0,14 993,06	1,34	0,14 991,72	1,31	0,14 990,41	1,28	0,15 989,13	1,24	0,15 987,89	1,22	0,17 986,67	1,18	0,17 985,49	1,16	0,18 984,33	1,13
	17	0,14 998,70	1,51	0,14 997,19	1,46	0,14 995,73	1,42	0,14 994,31	1,39	0,14 992,92	1,35	0,15 991,57	1,31	0,15 990,26	1,28	0,15 988,98	1,25	0,16 987,73	1,22	0,17 986,50	1,18	0,17 985,32	1,17	0,18 984,15	1,14
	18	0,15 998,55	1,51	0,15 997,04	1,47	0,16 995,57	1,42	0,16 994,15	1,39	0,16 992,76	1,35	0,16 991,41	1,32	0,16 990,09	1,28	0,17 988,81	1,26	0,17 987,55	1,23	0,18 986,32	1,19	0,18 985,13	1,17	0,19 983,96	1,15
	19	0,17 998,38	1,50	0,16 996,88	1,47	0,16 995,41	1,42	0,16 993,99	1,39	0,16 992,60	1,35	0,16 991,25	1,33	0,17 989,92	1,29	0,17 988,63	1,26	0,18 987,37	1,24	0,18 986,13	1,20	0,19 984,93	1,18	0,20 983,75	1,16
20	0,18 998,20	1,50	0,18 996,70	1,47	0,18 995,23	1,42	0,18 993,81	1,40	0,19 992,41	1,35	0,19 991,06	1,33	0,19 989,73	1,30	0,20 988,43	1,27	0,20 987,16	1,24	0,21 985,92	1,21	0,22 984,71	1,19	0,23 983,52	1,17	
Temperatur	20	998,20	1,50	996,70	1,47	995,23	1,42	993,81	1,40	992,41	1,35	991,06	1,33	989,73	1,30	988,43	1,27	987,16	1,24	985,92	1,21	984,71	1,19	983,52	1,17
	21	0,19 998,01	1,50	0,19 996,51	1,47	0,19 995,04	1,42	0,19 993,62	1,40	0,19 992,22	1,36	0,20 990,86	1,33	0,20 989,53	1,31	0,21 988,22	1,27	0,21 986,95	1,25	0,22 985,70	1,22	0,23 984,48	1,19	0,23 983,29	1,17
	22	0,20 997,81	1,50	0,20 996,31	1,46	0,20 994,85	1,43	0,20 993,42	1,40	0,20 992,02	1,36	0,20 990,66	1,34	0,21 989,32	1,31	0,21 988,01	1,28	0,22 986,73	1,25	0,22 985,48	1,23	0,23 984,25	1,20	0,24 983,05	1,18
	23	0,21 997,60	1,50	0,21 996,10	1,46	0,21 994,64	1,43	0,21 993,21	1,40	0,21 991,81	1,37	0,22 990,44	1,34	0,22 989,10	1,31	0,22 987,79	1,29	0,23 986,50	1,26	0,23 985,24	1,23	0,24 984,01	1,21	0,25 982,80	1,19
	24	0,21 997,39	1,50	0,21 995,89	1,47	0,22 994,42	1,43	0,22 992,99	1,40	0,22 991,59	1,37	0,22 990,22	1,35	0,23 988,87	1,31	0,23 987,56	1,29	0,23 986,27	1,27	0,24 985,00	1,24	0,24 983,76	1,22	0,25 982,54	1,20
	25	0,23 997,16	1,50	0,23 995,66	1,47	0,23 994,19	1,43	0,24 992,76	1,41	0,24 991,35	1,37	0,24 989,98	1,35	0,24 988,63	1,32	0,25 987,31	1,29	0,25 986,02	1,27	0,26 984,75	1,25	0,27 983,50	1,23	0,28 982,27	1,21
	26	0,23 996,93	1,50	0,23 995,43	1,47	0,23 993,96	1,44	0,24 992,52	1,41	0,24 991,11	1,37	0,24 989,74	1,35	0,24 988,39	1,33	0,25 987,06	1,30	0,25 985,76	1,28	0,26 984,48	1,25	0,27 983,23	1,24	0,28 981,99	1,22
	27	0,25 996,68	1,50	0,25 995,18	1,47	0,25 993,71	1,44	0,25 992,27	1,41	0,25 990,86	1,38	0,26 989,48	1,35	0,26 988,13	1,33	0,26 986,80	1,31	0,27 985,49	1,29	0,27 984,20	1,26	0,28 982,94	1,24	0,29 981,70	1,23
	28	0,25 996,43	1,50	0,25 994,93	1,48	0,26 993,45	1,44	0,26 992,01	1,41	0,26 990,60	1,38	0,26 989,22	1,36	0,27 987,86	1,34	0,27 986,52	1,31	0,28 985,21	1,29	0,28 983,92	1,27	0,29 982,65	1,25	0,30 981,40	1,23
	29	0,26 996,17	1,51	0,26 994,66	1,48	0,27 993,18	1,44	0,27 991,74	1,41	0,27 990,33	1,39	0,28 988,94	1,36	0,28 987,58	1,34	0,28 986,24	1,32	0,29 984,92	1,29	0,29 983,63	1,28	0,30 982,35	1,26	0,31 981,09	1,24
	30	0,27 995,90	1,51	0,27 994,39	1,48	0,27 992,91	1,45	0,28 991,46	1,41	0,28 990,05	1,39	0,28 988,66	1,37	0,28 987,29	1,34	0,29 985,95	1,32	0,29 984,63	1,30	0,30 983,33	1,29	0,31 982,04	1,27	0,32 980,77	1,25
	31	0,29 995,61	1,51	0,29 994,10	1,48	0,29 992,62	1,45	0,29 991,17	1,42	0,30 989,75	1,39	0,30 988,36	1,37	0,30 986,99	1,35	0,31 985,64	1,33	0,31 984,31	1,30	0,32 983,01	1,29	0,32 981,72	1,27	0,33 980,45	1,26
	32	0,29 995,32	1,51	0,29 993,81	1,48	0,29 992,33	1,45	0,29 990,88	1,42	0,30 989,45	1,40	0,30 988,05	1,37	0,31 986,68	1,35	0,31 985,33	1,33	0,31 984,00	1,31	0,32 982,69	1,30	0,33 981,39	1,28	0,34 980,11	

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wässrig-alkoholischen Mischungen — Pyknometer aus gewöhnlichem Glas —
Volumenmassen bei t°, mit Luftdruckkorrektur

Alkoholgehalt in % vol.

Temperatur	10		11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		21	
	0	1,00	0,95	0,90	0,85	0,80	0,75	0,70	0,65	0,60	0,55	0,50	0,45	0,40	0,35	0,30	0,25	0,20	0,15	0,10	0,05	0,00	0,05	0,10
0	986,63	1,00	985,63	0,95	984,67	0,92	983,75	0,87	982,88	0,84	982,04	0,81	981,23	0,77	980,46	0,75	979,71	0,73	978,98	0,72	978,26	0,70	977,56	0,70
1	+ 0,03 986,66	1,01	+ 0,02 985,65	0,97	+ 0,01 984,68	0,93	0,00 983,75	0,89	0,02 982,86	0,86	0,04 982,00	0,82	0,05 981,18	0,79	0,07 980,39	0,77	0,09 979,62	0,75	0,11 978,87	0,74	0,13 978,13	0,72	0,15 977,41	0,72
2	+ 0,02 986,68	1,02	+ 0,01 985,66	0,98	0,00 984,68	0,94	0,01 983,74	0,91	0,03 982,83	0,87	0,04 981,96	0,84	0,06 981,12	0,81	0,08 980,31	0,79	0,10 979,52	0,77	0,12 978,75	0,76	0,14 977,99	0,75	0,17 977,24	0,74
3	0,00 986,68	1,03	0,01 985,65	0,99	0,02 984,66	0,96	0,04 983,70	0,92	0,05 982,78	0,88	0,06 981,90	0,86	0,08 981,04	0,83	0,10 980,21	0,81	0,12 979,40	0,79	0,14 978,61	0,78	0,16 977,83	0,77	0,18 977,06	0,76
4	0,01 986,67	1,04	0,02 985,63	1,00	0,03 984,63	0,97	0,04 983,66	0,93	0,05 982,73	0,90	0,07 981,83	0,87	0,08 980,96	0,85	0,10 980,11	0,83	0,12 979,28	0,81	0,14 978,47	0,80	0,16 977,67	0,79	0,18 976,88	0,79
5	0,02 986,65	1,05	0,03 985,60	1,02	0,04 984,58	0,98	0,06 983,60	0,94	0,08 982,65	0,91	0,10 981,74	0,89	0,11 980,85	0,87	0,13 979,98	0,84	0,15 979,14	0,83	0,17 978,31	0,82	0,19 977,49	0,81	0,21 976,68	0,81
6	0,04 986,61	1,07	0,06 985,54	1,02	0,08 984,52	0,99	0,10 983,53	0,96	0,12 982,57	0,93	0,14 981,64	0,90	0,16 980,74	0,89	0,18 979,85	0,86	0,20 978,99	0,85	0,22 978,14	0,84	0,24 977,30	0,83	0,26 976,47	0,83
7	0,05 986,56	1,08	0,07 985,48	1,04	0,09 984,44	1,00	0,11 983,44	0,97	0,13 982,47	0,95	0,15 981,52	0,92	0,17 980,60	0,90	0,19 979,70	0,88	0,21 978,82	0,87	0,23 977,95	0,85	0,25 977,10	0,85	0,27 976,25	0,85
8	0,07 986,49	1,09	0,08 985,40	1,05	0,10 984,35	1,01	0,12 983,34	0,98	0,14 982,36	0,96	0,16 981,40	0,94	0,18 980,46	0,92	0,20 979,54	0,90	0,22 978,64	0,88	0,24 977,76	0,87	0,26 976,89	0,87	0,28 976,02	0,87
9	0,08 986,41	1,09	0,09 985,32	1,06	0,11 984,26	1,03	0,13 983,23	1,00	0,15 982,23	0,97	0,17 981,26	0,95	0,19 980,31	0,93	0,21 979,38	0,92	0,23 978,48	0,90	0,25 977,56	0,89	0,27 976,67	0,89	0,29 975,78	0,89
10	0,10 986,31	1,10	0,11 985,21	1,07	0,12 984,14	1,04	0,13 983,10	1,01	0,15 982,09	0,99	0,16 981,10	0,96	0,17 980,14	0,94	0,19 979,20	0,93	0,21 978,27	0,92	0,23 977,35	0,91	0,25 976,44	0,91	0,27 975,53	0,91
11	0,12 986,21	1,11	0,13 985,10	1,08	0,14 984,02	1,05	0,15 982,97	1,03	0,16 981,94	1,00	0,17 980,94	0,97	0,18 979,97	0,96	0,19 979,01	0,95	0,21 978,06	0,94	0,22 977,12	0,93	0,24 976,19	0,93	0,26 975,26	0,92
12	0,13 986,09	1,12	0,14 984,97	1,09	0,15 983,88	1,06	0,16 982,82	1,04	0,17 981,78	1,01	0,18 980,77	0,99	0,19 979,78	0,98	0,20 978,80	0,96	0,21 977,84	0,96	0,22 976,88	0,95	0,24 975,93	0,94	0,26 974,99	0,94
13	0,14 985,96	1,13	0,15 984,83	1,10	0,16 983,73	1,07	0,17 982,66	1,05	0,18 981,61	1,03	0,19 980,58	1,00	0,20 979,58	0,99	0,21 978,59	0,98	0,22 977,61	0,97	0,23 976,64	0,97	0,24 975,67	0,96	0,26 974,71	0,96
14	0,15 985,81	1,14	0,16 984,67	1,11	0,17 983,56	1,08	0,18 982,48	1,06	0,19 981,42	1,04	0,20 980,38	1,02	0,21 979,36	1,00	0,22 978,36	0,99	0,23 977,37	0,99	0,24 976,38	0,98	0,26 975,40	0,98	0,28 974,42	0,98
15	0,15 985,66	1,15	0,16 984,51	1,12	0,17 983,39	1,09	0,18 982,30	1,07	0,19 981,23	1,05	0,20 980,18	1,04	0,21 979,14	1,02	0,22 978,12	1,01	0,23 977,11	1,00	0,24 976,11	0,99	0,26 975,12	1,00	0,28 974,12	1,00
16	0,17 985,49	1,16	0,18 984,33	1,13	0,19 983,20	1,10	0,20 982,10	1,08	0,21 981,02	1,06	0,22 979,96	1,05	0,23 978,91	1,04	0,24 977,87	1,02	0,25 976,85	1,02	0,26 975,83	1,01	0,28 974,82	1,01	0,30 973,81	1,02
17	0,17 985,32	1,17	0,18 984,15	1,14	0,19 983,01	1,11	0,20 981,90	1,09	0,21 980,81	1,08	0,22 979,73	1,06	0,23 978,67	1,05	0,24 977,62	1,04	0,25 976,58	1,04	0,26 975,54	1,02	0,28 974,52	1,02	0,30 973,50	1,04
18	0,19 985,13	1,17	0,19 983,96	1,15	0,20 982,81	1,13	0,21 981,68	1,11	0,22 980,57	1,09	0,23 979,48	1,07	0,24 978,41	1,06	0,25 977,35	1,05	0,26 976,30	1,05	0,27 975,25	1,04	0,29 974,21	1,04	0,31 973,17	1,05
19	0,20 984,93	1,18	0,21 983,75	1,16	0,22 982,59	1,14	0,23 981,45	1,12	0,24 980,33	1,10	0,25 979,23	1,08	0,26 978,15	1,07	0,27 977,08	1,07	0,28 976,01	1,06	0,29 974,94	1,05	0,30 973,89	1,06	0,32 972,83	1,06
20	0,22 984,71	1,19	0,23 983,52	1,17	0,24 982,35	1,14	0,24 981,21	1,13	0,25 980,08	1,11	0,26 978,97	1,10	0,27 977,87	1,08	0,28 976,79	1,08	0,29 975,71	1,08	0,30 974,63	1,07	0,31 973,56	1,08	0,33 972,48	1,08
21	0,23 984,48	1,19	0,23 983,29	1,17	0,23 982,12	1,16	0,25 980,96	1,14	0,26 979,82	1,13	0,28 978,69	1,11	0,29 977,58	1,10	0,31 976,48	1,09	0,32 975,39	1,09	0,33 974,30	1,09	0,35 973,21	1,09	0,36 972,12	1,09
22	0,23 984,25	1,20	0,24 983,05	1,18	0,25 981,97	1,17	0,26 980,70	1,15	0,27 979,57	1,14	0,28 978,41	1,12	0,29 977,29	1,12	0,30 976,17	1,10	0,31 975,07	1,10	0,32 973,97	1,10	0,34 972,86	1,10	0,35 971,76	1,11
23	0,24 984,01	1,21	0,25 982,80	1,19	0,26 981,61	1,18	0,27 980,43	1,16	0,28 979,27	1,15	0,29 978,12	1,13	0,30 976,99	1,13	0,31 975,86	1,12	0,32 974,74	1,11	0,33 973,63	1,12	0,35 972,51	1,12	0,36 971,39	1,13
24	0,25 983,76	1,22	0,26 982,54	1,20	0,27 981,37	1,19	0,28 980,15	1,17	0,29 978,98	1,16	0,30 977,82	1,14	0,31 976,68	1,14	0,32 975,54	1,13	0,33 974,41	1,13	0,34 973,28	1,13	0,36 972,15	1,14	0,38 971,01	1,14
25	0,26 983,50	1,23	0,27 982,27	1,21	0,28 981,06	1,20	0,29 979,86	1,18	0,30 978,68	1,17	0,31 977,51	1,16	0,32 976,36	1,15	0,33 975,21	1,15	0,34 974,06	1,14	0,35 972,92	1,15	0,37 971,77	1,15	0,39 970,62	1,15
26	0,27 983,23	1,24	0,28 981,99	1,22	0,29 980,77	1,20	0,29 979,57	1,19	0,30 978,38	1,18	0,31 977,20	1,17	0,32 976,03	1,16	0,33 974,87	1,16	0,34 973,71	1,16	0,35 972,55	1,16	0,37 971,39	1,16	0,39 970,23	1,17
27	0,29 982,94	1,24	0,29 981,70	1,23	0,30 980,47	1,21	0,31 979,26	1,20	0,32 978,06	1,19	0,33 976,87	1,18	0,34 975,69	1,18	0,35 974,51	1,17	0,36 973,34	1,17	0,37 972,17	1,17	0,39 971,00	1,18	0,41 969,82	1,18
28	0,29 982,65	1,25	0,30 981,40	1,23	0,31 980,17	1,22	0,31 978,95	1,21	0,32 977,74	1,20	0,33 976,54	1,20	0,34 975,34	1,19	0,35 974,15	1,19	0,36 972,96	1,18	0,37 971,78	1,18	0,39 970,60	1,19	0,41 969,41	1,20
29	0,30 982,35	1,26	0,31 981,09	1,24	0,32 979,85	1,23	0,33 978,62	1,22	0,34 977,40	1,21	0,34 976,19	1,21	0,35 974,98	1,20	0,36 973,78	1,20	0,37 972,58	1,19	0,38 971,39	1,19	0,40 970,20	1,21	0,42 968,99	1,21
30	0,31 982,04	1,27	0,32 980,77	1,25	0,33 979,52	1,24	0,34 978,28	1,23	0,35 977,05	1,22	0,36 975,83	1,21	0,37 974,62	1,21	0,38 973,41	1,21	0,39 972,20	1,21	0,40 970,99	1,21	0,42 969,78	1,22	0,43 968,56	1,23
31	0,32 981,72	1,27	0,32 980,45	1,26	0,33 979,19	1,25	0,34 977,94	1,24	0,35 976,70	1,23	0,36 975,47	1,22	0,37 974,25	1,22	0,38 973,03	1,22	0,39 971,81	1,22	0,40 970,59	1,23	0,42 969,36	1,23	0,43 968,13	1,24
32	0,33 981,39	1,28	0,34 980,11	1,26	0,34 978,85	1,26	0,35 977,59	1,25	0,36 976,34	1,24	0,37 975,10	1,23	0,38 973,87	1,23	0,39 972,64	1,23	0,40 971,41	1,24	0,41 970,17	1,24	0,43 968,93	1,25	0,45 967,68	1,26
33	0,34 981,05	1,28	0,34 979,77	1,27	0,35 978,50	1,26	0,35 977,24																	

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wäßrig-alkoholischen Mischungen — Pyknometer aus gewöhnlichem Glas —
Volumenmassen bei t°, mit Luftdruckkorrektur

Alkoholgehalt in % vol.

		20		21		22		23		24		25		26		27		28		29		30		31	
Temperatur	0	978,26	0,70	977,56	0,70	976,86	0,69	976,17	0,70	975,47	0,72	974,75	0,72	974,03	0,74	973,29	0,77	972,52	0,80	971,72	0,83	970,89	0,87	970,02	0,90
	1	978,13	0,72	977,41	0,72	976,69	0,72	975,97	0,72	975,25	0,74	974,51	0,75	973,76	0,77	972,99	0,79	972,20	0,83	971,37	0,85	970,52	0,89	969,63	0,93
	2	977,99	0,75	977,24	0,74	976,50	0,74	975,76	0,75	975,01	0,76	974,25	0,78	973,47	0,79	972,68	0,82	971,86	0,85	971,01	0,87	970,14	0,92	969,22	0,96
	3	977,83	0,77	977,06	0,76	976,30	0,77	975,53	0,77	974,76	0,78	973,98	0,80	973,18	0,82	972,36	0,84	971,52	0,87	970,65	0,89	969,76	0,94	968,82	0,98
	4	977,67	0,79	976,88	0,79	976,09	0,79	975,30	0,79	974,51	0,81	973,70	0,82	972,88	0,84	972,04	0,86	971,18	0,89	970,29	0,92	969,37	0,96	968,40	1,00
	5	977,49	0,81	976,68	0,81	975,87	0,81	975,06	0,81	974,25	0,83	973,42	0,84	972,58	0,86	971,71	0,88	970,83	0,92	969,91	0,94	968,97	0,98	967,99	1,02
	6	977,30	0,83	976,47	0,83	975,64	0,83	974,81	0,84	973,97	0,85	973,12	0,87	972,25	0,88	971,37	0,91	970,46	0,94	969,52	0,96	968,56	1,00	967,56	1,04
	7	977,10	0,85	976,25	0,85	975,40	0,85	974,55	0,86	973,69	0,87	972,82	0,89	971,93	0,91	971,02	0,93	970,09	0,96	969,13	0,98	968,15	1,02	967,13	1,06
	8	976,89	0,87	976,02	0,87	975,15	0,87	974,28	0,88	973,40	0,89	972,51	0,91	971,60	0,93	970,67	0,95	969,72	0,98	968,74	1,01	967,73	1,04	966,69	1,08
	9	976,67	0,89	975,78	0,89	974,89	0,89	974,00	0,90	973,10	0,91	972,19	0,93	971,26	0,95	970,31	0,98	969,33	1,00	968,33	1,03	967,30	1,06	966,24	1,09
	10	976,44	0,91	975,53	0,91	974,62	0,91	973,71	0,92	972,79	0,93	971,86	0,95	970,91	0,97	969,94	1,00	968,94	1,02	967,92	1,05	966,87	1,08	965,79	1,11
	11	976,19	0,93	975,26	0,92	974,34	0,93	973,41	0,94	972,47	0,95	971,52	0,97	970,55	0,99	969,56	1,02	968,54	1,04	967,50	1,07	966,43	1,09	965,34	1,13
	12	975,93	0,94	974,99	0,94	974,05	0,95	973,10	0,96	972,14	0,97	971,17	0,99	970,18	1,01	969,17	1,03	968,14	1,06	967,08	1,09	965,99	1,11	964,88	1,15
	13	975,67	0,96	974,71	0,96	973,75	0,97	972,78	0,98	971,80	0,99	970,81	1,01	969,80	1,02	968,78	1,05	967,73	1,08	966,65	1,11	965,54	1,13	964,41	1,17
	14	975,40	0,98	974,42	0,98	973,44	0,99	972,45	1,00	971,45	1,01	970,44	1,02	969,42	1,04	968,38	1,07	967,31	1,10	966,21	1,12	965,09	1,15	963,94	1,19
	15	975,12	1,00	974,12	1,00	973,12	1,00	972,12	1,02	971,10	1,03	970,07	1,04	969,03	1,06	967,97	1,09	966,88	1,12	965,76	1,14	964,62	1,17	963,45	1,20
	16	974,82	1,01	973,81	1,02	972,79	1,02	971,77	1,03	970,74	1,05	969,69	1,06	968,63	1,08	967,55	1,11	966,44	1,13	965,31	1,16	964,15	1,19	962,96	1,22
	17	974,52	1,02	973,50	1,04	972,46	1,04	971,42	1,05	970,37	1,06	969,31	1,08	968,23	1,10	967,13	1,12	966,01	1,15	964,86	1,18	963,68	1,21	962,47	1,24
	18	974,21	1,04	973,17	1,05	972,12	1,06	971,06	1,07	969,99	1,08	968,91	1,10	967,81	1,11	966,70	1,14	965,56	1,17	964,37	1,19	963,20	1,23	961,97	1,26
	19	973,89	1,06	972,83	1,06	971,77	1,07	970,70	1,09	969,61	1,10	968,51	1,11	967,39	1,13	966,26	1,16	965,10	1,18	963,92	1,21	962,71	1,24	961,47	1,28
	20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,14	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
Temperatur	20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,16	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
	21	973,21	1,09	972,12	1,09	971,03	1,11	969,92	1,11	968,81	1,13	967,68	1,15	966,53	1,17	965,36	1,19	964,17	1,22	962,95	1,24	961,71	1,28	960,43	1,31
	22	972,86	1,10	971,76	1,11	970,65	1,12	969,53	1,13	968,40	1,15	967,25	1,16	966,09	1,19	964,90	1,21	963,69	1,23	962,46	1,26	961,20	1,29	959,91	1,32
	23	972,51	1,12	971,39	1,13	970,26	1,13	969,13	1,15	967,98	1,16	966,82	1,18	965,64	1,20	964,44	1,23	963,21	1,25	961,96	1,28	960,68	1,30	959,38	1,33
	24	972,15	1,14	971,01	1,14	969,87	1,15	968,72	1,16	967,56	1,18	966,38	1,20	965,18	1,22	963,96	1,24	962,72	1,27	961,45	1,29	960,16	1,32	958,84	1,34
	25	971,77	1,15	970,62	1,15	969,47	1,17	968,30	1,18	967,12	1,19	965,93	1,21	964,72	1,24	963,48	1,26	962,22	1,28	960,94	1,31	959,63	1,33	958,30	1,36
	26	971,39	1,16	970,23	1,17	969,06	1,18	967,88	1,20	966,68	1,21	965,47	1,23	964,24	1,25	962,99	1,27	961,72	1,30	960,42	1,32	959,10	1,35	957,75	1,38
	27	971,00	1,18	969,82	1,18	968,64	1,20	967,44	1,21	966,23	1,22	965,01	1,25	963,76	1,27	962,49	1,28	961,21	1,31	959,90	1,33	958,57	1,37	957,20	1,40
	28	970,60	1,19	969,41	1,20	968,21	1,21	967,00	1,23	965,77	1,24	964,53	1,26	963,27	1,28	961,99	1,30	960,69	1,32	959,37	1,35	958,02	1,38	956,64	1,41
	29	970,20	1,21	968,99	1,21	967,78	1,23	966,55	1,24	965,31	1,26	964,05	1,27	962,78	1,29	961,49	1,32	960,17	1,34	958,83	1,36	957,47	1,39	956,08	1,43
	30	969,78	1,22	968,56	1,23	967,33	1,24	966,09	1,25	964,84	1,27	963,57	1,29	962,28	1,31	960,97	1,33	959,64	1,35	958,29	1,38	956,91	1,41	955,50	1,44
	31	969,36	1,23	968,13	1,24	966,89	1,25	965,64	1,27	964,37	1,29	963,08	1,31	961,77	1,32	960,45	1,34	959,11	1,37	957,74	1,39	956,35	1,43	954,92	1,45
	32	968,93	1,25	967,68	1,25	966,43	1,27	965,16	1,28	963,88	1,30	962,58	1,32	961,26	1,33	959,93	1,36	958,57	1,39	957,18	1,40	955,78	1,44	954,34	1,47
	33	968,50	1,27	967,23	1,27	965,96	1,28	964,68	1,30	963,38	1,31	962,07	1,33	960,74	1,35	959,39	1,37	958,02	1,40	956,62	1,42	955,20	1,45	953,75	1,48
	34	968,05	1,27	966,78	1,29	965,49	1,30	964,19	1,31	962,88	1,32	961,56	1,34	960,22	1,37	958,85	1,38	957,47	1,41	956,06	1,44	954,62	1,47	953,15	1,49
	35	967,60	1,29	966,31	1,30	965,01	1,31	963,70	1,32	962,38	1,34	961,04	1,36	959,68	1,38	958,30	1,40	956,90	1,42	955,48	1,45	954,03	1,48	952,55	1,50
	36	967,15	1,31	965,84	1,31	964,53	1,32	963,21	1,34	961,87	1,36	960,51	1,37	959,14	1,39	957,75	1,42	956,33	1,44	954,89	1,46	953,43	1,49	951,94	1,51
	37	966,69	1,32	965,37	1,32	964,05	1,34	962,71	1,36	961,35	1,37	959,98	1,39	958,59	1,40	957,19	1,43	955,76	1,45	954,31	1,48	952,83	1,50	951,33	1,52
	38	966,22	1,33	964,89	1,34	963,55	1,35	962,20	1,37	960,83	1,39	959,44	1,40	958,04	1,42	956,62	1,44	955,18	1,46	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,54
	39	965,74	1,34	964,40	1,36	963,04	1,36	961,68	1,38	960,30	1,40	958,90	1,42	957,48	1,43	956,05	1,45	954,60	1,48	953,12	1,50	951,62	1,52	950,10	1,55
	40	965,25	1,35	963,90	1,37	962,53	1,38	961,15	1,39	959,76	1,41	958,35	1,43	956,92	1,45	955,47	1,47	954,00	1,49	952,51	1,51	951,00	1,54	949,46	1,56

MOSTE UND TEILWEISE GEGORENE MOSTE
CHEMISCHE ALKOHOLBESTIMMUNGSMETHODE

Diese Methode wird bei Flüssigkeiten mit geringem Alkoholgehalt (unter 6 % vol.) sowie beim Vorliegen geringerer Probemengen angewendet.

Lösungen

- a) Kaliumdichromatlösung. — 33,600 g Kaliumdichromat z.A. werden in einer ausreichenden Menge destillierten Wassers gelöst und bei 20 °C zu 1 Liter aufgefüllt. Diese Lösung entspricht den internationalen Alkoholvolumenprozenten ⁽¹⁾.

1 ml dieser Lösung oxydiert 7,8924 mg Alkohol.

- b) Ammoniumeisen(II)sulfatlösung. — 135 g Ammoniumeisen(II)sulfat und 20 ml Schwefelsäure z.A. werden in einer ausreichenden Menge Wasser gelöst und zu 1 Liter aufgefüllt. Diese Lösung entspricht, frisch hergestellt, einem halben Volumen Dichromatlösung. Die Lösung ist nicht haltbar, sie oxidiert allmählich.

Der Titer dieser Lösung muß des öfteren gegen die Dichromatlösung, die in einer Schliffstopfenflasche unzersetzt haltbar ist, eingestellt werden. Diese Titration muß in *genau* der gleichen Weise wie zur Alkoholbestimmung ausgeführt werden, indem man lediglich die 10 ml der verdünnten Alkohollösung durch 10 ml destilliertes Wasser ersetzt. Der Fehler, der durch kleine Mengen organischer Stoffe, die in der Schwefelsäure vorhanden sind, verursacht wird, kann so korrigiert werden.

- c) Kaliumpermanganatlösung. — 1,088 g Kaliumpermanganat werden in einer ausreichenden Menge Wasser gelöst und zu einem Liter aufgefüllt.
- d) Verdünnte Schwefelsäure. — Zu 500 ml destilliertem Wasser fügt man nach und nach unter Umschwenken 500 ml Schwefelsäure z.A. zu. Nach dem Abkühlen ergänzt man mit Wasser zu 1 Liter.
- e) Eisen(II)-o-Phenanthrolinreagens. — 0,695 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ werden in 100 ml Wasser gelöst, sodann fügt man 1,485 g o-Phenanthrolinmonohydrat zu. Zum besseren Lösen wird die Mischung erwärmt. Die Lösung, von lebhafter roter Farbe, ist gut haltbar.

Durchführung der Bestimmung

1. *Destillation.* — Man trennt den Alkohol durch Destillation, wobei man die auf Seite 16 beschriebene Apparatur verwendet. Man wählt die Menge der zu untersuchenden Flüssigkeit und der des Destillats in der Weise, daß der Alkoholgehalt des Destillats bei etwa 1 % vol. aber unter 1,8 % vol. liegt.

Vermuteter Alkoholgehalt	Volumen der verwendeten Flüssigkeit ⁽¹⁾ V (ml)	Volumen des zur Verdünnung der Probe erforderlichen Wassers (ml)	Volumen, auf welches das Destillat gebracht wird (ml)
unter 0,8 % vol.	200	0	100
zwischen 0,8 und 1,5 % vol.	100	20	100
zwischen 1,5 und 3 % vol.	50	70	100
zwischen 3 und 6 % vol.	25	100	100
zwischen 6 und 9 % vol.	20	100	100
zwischen 9 und 18 % vol.	20	200	200
zwischen 18 und 22 % vol.	20	200	250

⁽¹⁾ Wein oder Most.

⁽¹⁾ 33,791 g Dichromat/l bei 15 °C für den französischen Alkoholgehalt bei 15/15 °C. 33,611 g Dichromat/l für den deutschen Alkoholgehalt bei 20/20 °C. 1 ml der Lösung: 33,791 g/l oxydiert 7,93634 mg Alkohol. 1 ml der Lösung: 33,611 g/l oxydiert 7,8940 mg Alkohol. Das Verhältnis Dichromat: Alkohol beruht auf einer theoretischen Berechnung aus den Volumenmassen oder Dichten des reinen Alkohols (100 % vol.) der alkoholmetrischen Tabellen. Die Werte können entsprechend den jährlich revidierten Atomgewichten schwanken; diese Änderungen sind jedoch von keiner praktischen Bedeutung, da sie minimal sind. Die oben angegebenen Werte wurden nach der Tabelle von 1961 berechnet.

In die Destillationsapparatur oder in den oben beschriebenen Destillationskolben gibt man die oben angegebene Menge V der zu untersuchenden Flüssigkeit (Wein oder Most). Man alkalisiert schwach mit 4 n Kalkmilch und fügt dann das erforderliche Volumen Wasser zu. Das Destillat wird in einen Meßkolben, dessen Größe aus der letzten Spalte der obigen Tabelle ersichtlich ist, gegeben und mit destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

Das nach einem der oben beschriebenen Verfahren gewonnene Destillat kann auch verdünnt werden, indem man 50, 25 oder 20 ml dieses Destillats auf 100, 200 oder 250 ml auffüllt.

2. *Oxydation.* — In einen 250-ml-Kolben mit eingeschliffenem Glasstopfen (der Kolbenhals besitzt einen erweiterten Rand, der es gestattet, beim Öffnen des Kolbens den Stopfen und den Hals ohne Verlust abzuspülen) pipettiert man 20 ml der eingestellten Kaliumdichromatlösung, 20 ml verdünnte Schwefelsäure und schüttelt um. Sodann fügt man genau 10 ml Destillat hinzu und verschließt den Kolben, nachdem man den Stopfen mit einem Tropfen Schwefelsäure z.A. befeuchtet hat. Man schüttelt und läßt unter häufigem Schütteln *mindestens 30 Minuten* stehen.
3. *Titration.* — Der Überschuß an Dichromat wird mit Ammoniumeisen(II)sulfatlösung (aus einer Bürette) titriert. Beim Umschlag der grünen Farbe nach Blaugrün fügt man 4 Tropfen Eisen(II)-o-Phenanthrolinreagens zu und titriert bis zum Umschlag nach Kastanienbraun. Da häufig übertitriert wird, ist es erforderlich, mit Kaliumpermanganat (1,083 g/l) genau zurückzutitrieren. $\frac{1}{10}$ des verbrauchten Volumens dieser Lösung wird von den verbrauchten Milliliter Ammoniumeisen(II)sulfatlösung abgezogen. Die Differenz wird mit n bezeichnet.

Man wiederholt den Arbeitsgang mit der gleichen Reagenzienmenge, verwendet aber statt 10 ml Destillat 10 ml reines Wasser. n' = Anzahl der tatsächlich verbrauchten Milliliter Ammoniumeisen(II)sulfatlösung.

Berechnung

n' ml Eisen(II)sulfatlösung reduzieren 20 ml Dichromatlösung, welche 200 mm³ oder 0,2 ml Alkohol oxydieren. 1 ml Eisen(II)Lösung besitzt eine Reduktionskraft von: $\frac{0,2}{n'}$ ml Alkohol.

$n' - n$ ml Eisen(II)Lösung besitzen die gleiche Reduktionskraft wie $0,2 \frac{n' - n}{n'}$ ml Alkohol, welche in 10 ml Destillat enthalten sind, die wiederum den Alkohol aus $\frac{10}{100}$ des Volumens V der vorgelegten Flüssigkeit enthalten, wenn das Destillat auf 100 ml aufgefüllt wurde.

Folglich sind $0,2 \frac{n' - n}{n'}$ ml Alkohol in $\frac{V}{10}$ ml Flüssigkeit enthalten.

Der Alkoholgehalt der untersuchten Flüssigkeit berechnet sich dann zu:

$$\frac{200}{V} \frac{(n' - n)}{n'}$$

Wurde das Destillat in einem 200-ml- oder 250-ml-Kolben aufgefangen, lauten die Formeln wie folgt:

$$\frac{400}{V} \frac{(n' - n)}{n'} \quad \text{oder} \quad \frac{500}{V} \frac{(n' - n)}{n'}$$

Anmerkungen

1. Die verwendeten 10- und 20-ml-Pipetten sowie die Bürette müssen eine Genauigkeit von mindestens 1‰ aufweisen.
2. Die Bestimmung der gebildeten Essigsäure erlaubt, die Alkoholbestimmung nach der Chromatmethode zu kontrollieren und die Identität des Alkohols zu bestätigen. Methanol wird unter den Bedingungen, unter denen aus Äthanol Essigsäure gebildet wird, zu Kohlendioxid und Wasser oxydiert; die Oxydationszeit ist jedoch auf 12 Stunden zu verlängern, während diese beim Äthanol nach 30 Minuten beendet ist ⁽¹⁾.

1 ml Kaliumdichromatlösung ($K_2Cr_2O_7$; 33,600 g/l) oxydiert 3,6596 mg Methanol.

Zur Bestimmung der Essigsäure destilliert man diese Säure im Wasserdampfstrom, bis die Destillationsmenge mindestens das Zehnfache des Titrations-(Probe)-Volumens, dem ein kleiner Überschuß an Eisen(II)sulfat zugesetzt wurde, beträgt.

1 ml 0,1 n Natronlauge = 4,607 mg Äthanol.

1 ml Dichromatlösung (33,600 g/l) = 1,71 ml 0,1 n NaOH.

⁽¹⁾ Unter den oben angegebenen Bedingungen wird die gebildete Essigsäure durch die Chromatmischung nicht weiter oxydiert. Die stöchiometrischen Beziehungen zwischen Äthanol und Dichromat bleiben folglich bestehen.

2.4. GEBRÄUHLICHE METHODEN

WEINE UND MOSTE

ERSTE GEBRÄUHLICHE METHODE:

Bestimmung mit dem Aräometer

Apparate

1. Destillationsapparat. — (Beschreibung siehe Referenzmethode)

Wie bei der Referenzmethode beschrieben, kann jede Apparatur verwendet werden, insbesondere solche, die zur Beschleunigung der Destillation Wasserdampf verwenden. Der Apparat und die Verfahrensweise müssen den bei der Referenzmethode angegebenen Bedingungen entsprechen (siehe Seite 16).

2. Alkoholmeter. — Das verwendete Alkoholmeter muß den Bestimmungen der Richtlinie des Rates vom 27. Juli 1976 bezüglich Alkoholmeter und Aräometer entsprechen.

Das Thermometer muß von 0 bis 30 °C eine $1/10$ -Graduierung aufweisen und auf ein zwanzigstel Grad genau geprüft sein.

Das Gefäß zur Aufnahme der zu untersuchenden Flüssigkeit besteht aus einem Standzylinder von 320 mm Höhe mit einem Durchmesser von 36 mm. Das Gefäß verbleibt durch einen Bodenkörper in senkrechter Position. Der innere Durchmesser des Gefäßes muß wenigstens 6 mm größer sein als der Durchmesser des Schwimmkörpers.

Durchführung der Bestimmung

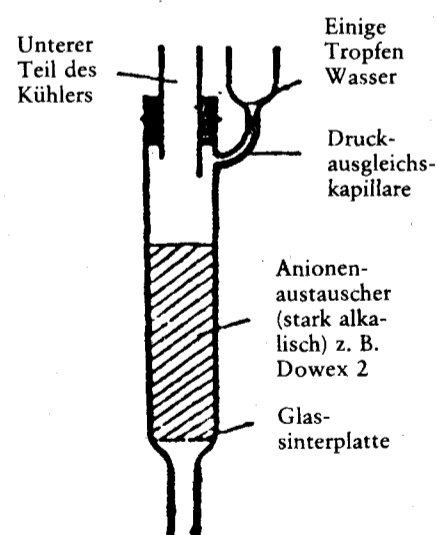
1. Destillation. — Jungweine oder Schaumweine sind vorher durch Schütteln von der Hauptmenge des Kohlendioxids zu befreien; hierzu werden 260 ml Wein in einem 500-ml-Kolben, der vorher mit Silicon benetzt wurde, geschüttelt.

250 ml Wein werden in einem Meßkolben, dessen Halsinnendurchmesser höchstens 12 mm beträgt, abgemessen und in einen Destillationskolben unter 4maligem Nachspülen mit je 5 ml Wasser überspült. Sodann fügt man 10 ml Kalkmilch (120 g CaO/l) hinzu. Die Farbe des Weines muß durch die Alkalisierung umschlagen. Liegen sehr saure Weine vor, fügt man Kalkmilch bis zum Farbumschlag von Phenolphthalein (Tüpfeln) zu.

Man fügt einige Siedesteine und, falls erforderlich, einen Tropfen einer 1% igen wäßrigen Siliconlösung zur Vermeidung des Überschäumens zu. Das Destillat wird in dem gleichen Kolben, der zur Abmessung gedient hat, unter Vorlage von 10 ml destilliertem Wasser, aufgefangen. Es müssen mindestens 200 ml überdestillieren. Nach dem Schütteln füllt man den Meßkolben bei einer Temperatur, die von der Ausgangstemperatur nicht mehr als 5 °C abweicht, zur Marke auf.

Anmerkung:

Der Zusatz von Kalkmilch zum Wein entfällt, wenn am Kühlerende ein Rohr angebracht wird, welches 10 g eines stark basischen Anionenaustauschers in Hydroxidform (gründlich mit destilliertem Wasser gewaschen) enthält. Eine mit dem Rohr verschweißte Glassinterplatte hält das Harz zurück und verhindert den Durchtritt der feinsten Teilchen. Die Korngröße des Austauschers beträgt 50—100 mesh. Das Harz hält überdestillierte Essigsäure, freie und gebundene schweflige Säure sowie Kohlendioxid zurück. 10 g Austauscher sind für 30 Destillationen normaler Weine ausreichend. Die Regeneration erfolgt mit 5% iger Natronlauge und 6maligem Auswaschen mit destilliertem Wasser (s. Abb.).

2. Messung der Dichte des Destillats. — Das Destillat wird in einen Standzylinder (Innendurchmesser 36 mm, Höhe 320 mm) gefüllt. Beim Füllen wird der Standzylinder senkrecht gehalten. Sodann bringt man das Thermometer und das Alkoholmeter in den Zylinder. Zum Temperaturengleich zwischen dem Standzylinder, dem Thermometer, dem Alkoholmeter und dem Destillat schüttelt man und liest nach einer Minute die Temperatur am Thermometer ab. Das Thermometer wird herausgenommen und nach etwa 1 Minute Wartezeit die Alkoholprozentage abgelesen. Es werden mindestens 3 Ablesungen mit Hilfe einer Lupe durchgeführt. Die bei t° abgelesenen Alkoholprozentage werden mittels der nachfolgenden Tabelle um den Temperaturfehler korrigiert.

Die Temperatur der Flüssigkeit darf um höchstens 5 °C von der Raumtemperatur abweichen. Andernfalls ist ein doppelwandiger Standzylinder mit evakuiertem Wandzwischenraum zu verwenden.

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle für die Temperaturkorrektur der scheinbaren Alkoholvolumenprozent

Die unten angegebenen Korrekturwerte sind den scheinbaren Alkoholvolumenprozenten bei t° (Alkoholmeter aus gewöhnlichem Glas) zuzufügen oder abzuziehen.

		Scheinbare Alkoholvolumenprozent bei t°																	
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	
Temperaturen	zuzufügen	0°	0,76	0,77	0,82	0,87	0,95	1,04	1,16	1,31	1,49	1,70	1,95	2,26	2,62	3,03	3,49	4,02	4,56
		1°	0,81	0,83	0,87	0,92	1,00	1,09	1,20	1,36	1,52	1,73	1,97	2,26	2,59	2,97	3,40	3,87	4,36
		2°	0,85	0,87	0,92	0,97	1,04	1,13	1,24	1,38	1,54	1,74	1,97	2,24	2,54	2,89	3,29	3,72	4,17
		3°	0,88	0,91	0,95	1,00	1,07	1,15	1,26	1,39	1,55	1,73	1,95	2,20	2,48	2,80	3,16	3,55	3,95
		4°	0,90	0,92	0,97	1,02	1,09	1,17	1,27	1,40	1,55	1,72	1,92	2,15	2,41	2,71	3,03	3,38	3,75
		5°	0,91	0,93	0,98	1,03	1,10	1,17	1,27	1,39	1,53	1,69	1,87	2,08	2,33	2,60	2,89	3,21	3,54
		6°	0,92	0,94	0,98	1,02	1,09	1,16	1,25	1,37	1,50	1,65	1,82	2,01	2,23	2,47	2,74	3,02	3,32
		7°	0,91	0,93	0,97	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,45	1,59	1,75	1,92	2,12	2,34	2,58	2,83	3,10
		8°	0,89	0,91	0,94	0,98	1,04	1,11	1,19	1,28	1,39	1,52	1,66	1,82	2,00	2,20	2,42	2,65	2,88
		9°	0,86	0,88	0,91	0,95	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,44	1,57	1,71	1,87	2,05	2,24	2,44	2,65
		10°	0,82	0,84	0,87	0,91	0,96	1,01	1,08	1,16	1,25	1,35	1,47	1,60	1,74	1,89	2,06	2,24	2,43
		11°	0,78	0,79	0,82	0,86	0,90	0,95	1,01	1,08	1,16	1,25	1,36	1,47	1,60	1,73	1,88	2,03	2,20
		12°	0,72	0,74	0,76	0,79	0,83	0,88	0,93	0,99	1,07	1,15	1,24	1,34	1,44	1,56	1,69	1,82	1,96
		13°	0,66	0,67	0,69	0,72	0,76	0,80	0,84	0,90	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,38	1,49	1,61	1,73
		14°	0,59	0,60	0,62	0,64	0,67	0,71	0,74	0,79	0,85	0,91	0,97	1,04	1,12	1,20	1,29	1,39	1,49
		15°	0,51	0,52	0,53	0,55	0,58	0,61	0,64	0,68	0,73	0,77	0,83	0,89	0,95	1,02	1,09	1,16	1,24
		16°	0,42	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,60	0,63	0,67	0,72	0,77	0,82	0,88	0,94	1,00
		17°	0,33	0,33	0,34	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,46	0,48	0,51	0,55	0,59	0,62	0,67	0,71	0,75
		18°	0,23	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,40	0,42	0,45	0,48	0,51
19°	0,12	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,25		
Temperaturen	abziehen	21°	0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23	0,25	0,26	
		22°	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47	0,49	0,52	
		23°	0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,47	0,49	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70	0,74	0,78	
		24°	0,55	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,67	0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04	
		25°	0,69	0,71	0,73	0,76	0,79	0,82	0,85	0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19	1,25	1,31	
		26°	0,85	0,87	0,90	0,93	0,96	1,00	1,04	1,08	1,13	1,18	1,24	1,30	1,36	1,43	1,50	1,57	
		27°		1,03	1,07	1,11	1,15	1,19	1,23	1,28	1,34	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,84	
		28°		1,21	1,25	1,29	1,33	1,38	1,43	1,49	1,55	1,62	1,69	1,77	1,85	1,93	2,02	2,11	
		29°		1,39	1,43	1,47	1,52	1,58	1,63	1,70	1,76	1,84	1,92	2,01	2,10	2,19	2,29	2,39	
		30°		1,57	1,61	1,66	1,72	1,78	1,84	1,91	1,98	2,07	2,15	2,25	2,35	2,45	2,56	2,67	
		31°		1,75	1,80	1,86	1,92	1,98	2,05	2,13	2,21	2,30	2,39	2,49	2,60	2,71	2,83	2,94	
		32°		1,94	2,00	2,06	2,13	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22	
		33°			2,20	2,27	2,34	2,42	2,50	2,58	2,67	2,77	2,88	2,99	3,12	3,24	3,37	3,51	
		34°			2,41	2,48	2,56	2,64	2,72	2,81	2,91	3,02	3,13	3,25	3,38	3,51	3,65	3,79	
		35°			2,62	2,70	2,78	2,86	2,95	3,05	3,16	3,27	3,39	3,51	3,64	3,78	3,93	4,08	
		36°			2,83	2,91	3,00	3,09	3,19	3,29	3,41	3,53	3,65	3,78	3,91	4,05	4,21	4,37	
		37°				3,13	3,23	3,33	3,43	3,54	3,65	3,78	3,91	4,04	4,18	4,33	4,49	4,65	
		38°				3,36	3,47	3,57	3,68	3,79	3,91	4,03	4,17	4,31	4,46	4,61	4,77	4,94	
		39°				3,59	3,70	3,81	3,93	4,05	4,17	4,30	4,44	4,58	4,74	4,90	5,06	5,23	
40°				3,82	3,94	4,06	4,18	4,31	4,44	4,57	4,71	4,86	5,02	5,19	5,36	5,53			

INTERNATIONALE ALKOHOLVOLUMENPROZENTE — bei 20 °C

Tabelle für die Temperaturkorrektur der scheinbaren Alkoholvolumenprozente

Die unten angegebenen Korrekturwerte sind den scheinbaren Alkoholvolumenprozenten bei t° (Alkoholmeter aus gewöhnlichem Glas) zuzufügen oder abzuziehen.

		Scheinbare Alkoholvolumenprozente bei t °																	
		14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
Temperaturen	zufügen	0°	3,49	4,02	4,56	5,11	5,65	6,16	6,63	7,05	7,39	7,67	7,91	8,07	8,20	8,30	8,36	8,39	8,40
		1°	3,40	3,87	4,36	4,86	5,35	5,82	6,26	6,64	6,96	7,23	7,45	7,62	7,75	7,85	7,91	7,95	7,96
		2°	3,29	3,72	4,17	4,61	5,05	5,49	5,89	6,25	6,55	6,81	7,02	7,18	7,31	7,40	7,47	7,51	7,53
		3°	3,16	3,55	3,95	4,36	4,77	5,17	5,53	5,85	6,14	6,39	6,59	6,74	6,86	6,97	7,03	7,07	7,09
		4°	3,03	3,38	3,75	4,11	4,48	4,84	5,17	5,48	5,74	5,97	6,16	6,31	6,43	6,53	6,59	6,63	6,66
		5°	2,89	3,21	3,54	3,86	4,20	4,52	4,83	5,11	5,35	5,56	5,74	5,89	6,00	6,10	6,16	6,20	6,23
		6°	2,74	3,02	3,32	3,61	3,91	4,21	4,49	4,74	4,96	5,16	5,33	5,47	5,58	5,67	5,73	5,77	5,80
		7°	2,58	2,83	3,10	3,36	3,63	3,90	4,15	4,38	4,58	4,77	4,92	5,05	5,15	5,24	5,30	5,34	5,37
		8°	2,42	2,65	2,88	3,11	3,35	3,59	3,81	4,02	4,21	4,38	4,52	4,64	4,74	4,81	4,87	4,92	4,95
		9°	2,24	2,44	2,65	2,86	3,07	3,28	3,48	3,67	3,84	3,99	4,12	4,23	4,32	4,39	4,45	4,50	4,53
		10°	2,06	2,24	2,43	2,61	2,80	2,98	3,16	3,33	3,48	3,61	3,73	3,83	3,91	3,98	4,03	4,08	4,11
		11°	1,88	2,03	2,20	2,36	2,52	2,68	2,83	2,98	3,12	3,24	3,34	3,43	3,50	3,57	3,62	3,66	3,69
		12°	1,69	1,82	1,96	2,10	2,24	2,38	2,51	2,64	2,76	2,87	2,96	3,04	3,10	3,16	3,21	3,25	3,27
		13°	1,49	1,61	1,73	1,84	1,96	2,08	2,20	2,31	2,41	2,50	2,58	2,65	2,71	2,76	2,80	2,83	2,85
		14°	1,29	1,39	1,49	1,58	1,68	1,78	1,88	1,97	2,06	2,13	2,20	2,26	2,31	2,36	2,39	2,42	2,44
		15°	1,09	1,16	1,24	1,32	1,40	1,48	1,56	1,64	1,71	1,77	1,83	1,88	1,92	1,96	1,98	2,01	2,03
		16°	0,88	0,94	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,36	1,41	1,46	1,50	1,53	1,56	1,58	1,60	1,62
		17°	0,67	0,71	0,75	0,80	0,84	0,89	0,94	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,14	1,17	1,18	1,20	1,21
		18°	0,45	0,48	0,51	0,53	0,56	0,59	0,62	0,65	0,68	0,70	0,72	0,74	0,76	0,78	0,79	0,80	0,81
19°	0,23	0,24	0,25	0,27	0,28	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40	0,40	0,41		
Temperaturen	abziehen	21°	0,23	0,25	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,35	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40
		22°	0,47	0,49	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,72	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79	0,80
		23°	0,70	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90	0,93	0,97	1,01	1,04	1,07	1,10	1,12	1,15	1,17	1,18	1,19
		24°	0,94	0,99	1,04	1,10	1,15	1,20	1,25	1,29	1,34	1,39	1,43	1,46	1,50	1,53	1,55	1,57	1,59
		25°	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,56	1,62	1,68	1,73	1,78	1,83	1,87	1,90	1,94	1,97	1,99
		26°	1,43	1,50	1,57	1,65	1,73	1,80	1,87	1,94	2,01	2,07	2,13	2,19	2,24	2,28	2,32	2,35	2,38
		27°	1,68	1,76	1,84	1,93	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,41	2,48	2,55	2,61	2,66	2,70	2,74	2,77
		28°	1,93	2,02	2,11	2,21	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,76	2,83	2,90	2,98	3,03	3,08	3,13	3,17
		29°	2,19	2,29	2,39	2,50	2,60	2,70	2,81	2,91	3,00	3,09	3,18	3,26	3,34	3,40	3,46	3,51	3,55
		30°	2,45	2,56	2,67	2,78	2,90	3,01	3,12	3,23	3,34	3,44	3,53	3,62	3,70	3,77	3,84	3,90	3,95
		31°	2,71	2,83	2,94	3,07	3,19	3,31	3,43	3,55	3,67	3,78	3,88	3,98	4,07	4,15	4,22	4,28	4,33
		32°	2,97	3,09	3,22	3,36	3,49	3,62	3,74	3,87	4,00	4,11	4,22	4,33	4,43	4,51	4,59	4,66	4,72
		33°	3,24	3,37	3,51	3,65	3,79	3,92	4,06	4,20	4,33	4,45	4,57	4,68	4,79	4,88	4,97	5,04	5,10
		34°	3,51	3,65	3,79	3,94	4,09	4,23	4,37	4,52	4,66	4,79	4,91	5,03	5,15	5,25	5,34	5,42	5,49
		35°	3,78	3,93	4,08	4,23	4,38	4,53	4,69	4,84	4,98	5,12	5,26	5,38	5,50	5,61	5,71	5,80	5,87
		36°	4,05	4,21	4,37	4,52	4,68	4,84	5,00	5,16	5,31	5,46	5,60	5,73	5,86	5,97	6,08	6,17	6,25
		37°	4,33	4,49	4,65	4,82	4,98	5,15	5,31	5,48	5,64	5,80	5,95	6,09	6,22	6,33	6,44	6,54	6,63
		38°	4,61	4,77	4,94	5,12	5,29	5,46	5,63	5,80	5,97	6,13	6,29	6,43	6,57	6,69	6,81	6,92	7,01
		39°	4,90	5,06	5,23	5,41	5,59	5,77	5,94	6,12	6,30	6,47	6,63	6,78	6,93	7,06	7,18	7,29	7,39
40°	5,19	5,36	5,53	5,71	5,90	6,08	6,26	6,44	6,62	6,80	6,97	7,13	7,28	7,41	7,54	7,66	7,76		

ZWEITE GEBRÄUHLICHE METHODE:

Bestimmung der Dichte mittels der hydrostatischen Waage

Destillationsapparat und Durchführung der Destillation sind gleich wie bei der ersten gebräuchlichen Methode.

Der Apparat, die Tarierung des Schwimmers sowie das Verfahren sind im Abschnitt über die Messung der Volumenmasse beschrieben; die Messung der Volumenmasse des Destillats muß jedoch genauer sein als die Messung der Volumenmasse des Weines und eine Genauigkeit von mindestens $5 \cdot 10^{-5}$ erreichen. Hierzu ist es zweckmäßig, einen Schwimmer von mindestens 50 ml zu benutzen und alle erforderlichen Vorkehrungen zu treffen, um ein Verdampfen des Alkohols zu vermeiden und die Temperatur t° des Destillats auf mindestens $1/10^\circ\text{C}$ genau ermitteln zu können.

Die Berechnungsformeln sind ebenfalls mit obigem Abschnitt angegeben.

Mit Hilfe des bekannten Wertes p_t bei $t^\circ\text{C}$ wird der Alkoholgehalt mittels einer der Tabellen für die Volumenmasse — für die Wahl der Tabelle ist die Art des Schwimmerglases maßgebend — und nach demselben Interpolationsverfahren wie für die Referenzmethode bestimmt.

2.5. ERGÄNZUNG ZUR REFERENZMETHODE FÜR DIE BESTIMMUNG DER VOLUMENMASSE DES DESTILLATS

BESTIMMUNG MIT DEM PYKNOMETER AUF EINER EINARMIGEN WAAGE

Prinzip

Das Prinzip der Methode zur Bestimmung der Volumenmasse des Destillats ist in Kapitel „Relative Dichte 20/20“ beschrieben.

Zahlenbeispiel

Die Konstanten des Pyknometers wurden ebenfalls in dem Kapitel „Relative Dichte 20/20“ bestimmt und berechnet.

Berechnung

1. Wägung des mit Destillat gefüllten Pyknometers:

Gewicht der Tara bei der Bestimmung:	$T_1 = 171,9178$
Mit Destillat gefülltes Pyknometer bei $20,50^\circ\text{C}$:	$P_2 = 167,8438$
Änderung des Luftdrucks:	$dT = 171,9178 - 171,9160 = + 0,0018$
Masse des Destillats bei $20,50^\circ\text{C}$:	$L_t = 167,8438 - (67,6695 + 0,0018)$ $= 100,1725$
Scheinbare Volumenmasse des Destillats:	$\rho_{20,50^\circ} = \frac{100,1725}{101,8194} = 0,983825$

2. Berechnung des Alkoholgehalts:

Man bezieht sich auf die Tabelle der scheinbaren Volumenmassen von wässrig-alkoholischen Mischungen bei verschiedenen Temperaturen (siehe oben).

Auf Zeile 20°C der Tabelle der scheinbaren Volumenmassen ist die der ermittelten gemessenen Masse $0,983825$ nächsthöhere Masse $0,98471 = 10\% \text{ vol.}$

Die Volumenmasse bei 20°C :

$$(98382,5 + 0,50 \cdot 24) 10^{-5} = 0,983945$$

$$0,98471 - 0,983945 = 0,000765$$

Zehntel der Alkoholvolumenprozent:

$$76,5 / 119 = 0,64$$

Der Alkoholgehalt beträgt somit $10,64\% \text{ vol.}$

3. GESAMT-TROCKENEXTRAKT

Gesamt-Trockensubstanz

3.1. DEFINITION

Der *Gesamt-Trockenextrakt* oder die *Gesamt-Trockensubstanz* stellt die Gesamtmenge aller Weinsubstanzen dar, die sich unter bestimmten physikalischen Bedingungen nicht verflüchtigen. Diese Bedingungen müssen in der Weise festgelegt werden, daß die den Extrakt bildenden Stoffe nur möglichst geringe Veränderungen erfahren.

Der *nicht reduzierte Extrakt* ist der Gesamt-Trockenextrakt abzüglich sämtlicher Zuckerarten.

Der *reduzierte Extrakt* ist der Gesamt-Trockenextrakt, vermindert um den 1 g/l übersteigenden Gesamtzucker, um das 1 g/l übersteigende Kaliumsulfat, um Mannit (soweit vorhanden) sowie abzüglich aller gegebenenfalls dem Wein zugesetzten Substanzen.

Der *Extraktrest* ist der nicht reduzierte Extrakt abzüglich der als Weinsäure berechneten nicht flüchtigen Säure.

Der Extrakt wird in g/l ausgedrückt und muß mit einer Genauigkeit von 0,5 g bestimmt werden.

3.2. PRINZIP DER METHODE

Einzigste Methode: densimetrische Bestimmung

Der Gesamt-Trockenextrakt wird indirekt aus der Dichte des Destillationsrückstandes von der Alkoholbestimmung bzw. aus dem vom Alkohol befreiten und mit Wasser auf sein ursprüngliches Volumen aufgefüllten Wein berechnet.

Der Trockenextrakt wird durch die Menge an Saccharose ausgedrückt, die in wäßriger Lösung (1 Liter dieselbe Dichte wie der Destillationsrückstand aufweist. Die Werte sind der Tabelle I zu entnehmen

Berechnung

Die Dichte 20/20 d_r des Destillationsrückstandes wird mit Hilfe der Formel nach Tabarié berechnet:

$$d_r = d_v - d_a + 1,000$$

d_v = Dichte des Weines bei 20/20 °C (korrigiert um den Anteil der flüchtigen Säure)⁽¹⁾;

d_a = Dichte einer wäßrig-alkoholischen Mischung mit dem gleichen Alkoholgehalt wie der Wein bei 20/20 °C.

Man kann d_r auch aus den Volumenmassen bei 20 °C berechnen, wobei ρ_v des Weines und ρ_a der wäßrig-alkoholischen Mischung von gleichem Alkoholgehalt durch die Formel:

$$d_r = 1,0018 (\rho_v - \rho_a) + 1,000$$

ausgedrückt werden. Der Faktor 1,0018 kann in den Fällen, in denen ρ_v kleiner als 1,05 ist, d.h. in den meisten Fällen, durch 1 ersetzt werden.

Die Tabelle I wird für die Extraktberechnung aus d_r verwendet.

Bei Mosten wird der Gesamttrockenextrakt aus der relativen Dichte 20/20 °C mit derselben Tabelle berechnet.

⁽¹⁾ Vor dieser Berechnung muß die gemessene Dichte bzw. Volumenmasse des Weines, wie oben angegeben, um den von der flüchtigen Säure verursachten Fehler nach der folgenden Formel korrigiert werden:

$$d_v = d_{20/20} - 0,000\ 0086\ a \text{ oder } \rho_v = 20 - 0,000\ 0086\ a;$$

a = flüchtige Säure in Milliäquivalenten in 1 Liter.

TABELLE I
zur Berechnung des Gehalts an Trockenextrakt
(g/l)

Dichte mit 2 Dezimalen	3. Dezimale der Dichte									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Gramm Extrakt in 1 Liter										
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	530,5	533,3	536,0	538,7	541,4	544,1	546,8	549,6	552,3
1,21	555,0	557,7	560,4	563,1	565,8	568,5	571,2	573,9	576,6	579,3
1,22	582,0	584,8	587,5	590,2	593,0	595,7	598,4	601,1	603,9	606,6
1,23	609,3	612,1	614,8	617,5	620,3	623,0	625,7	628,4	631,2	633,9
1,24	636,6	639,4	642,1	644,9	647,6	650,3	653,1	655,8	658,6	661,3
1,25	664,0	666,8	669,5	672,3	675,0	677,7	680,5	683,2	686,0	688,7
1,26	691,4	694,2	697,0	699,8	702,5	705,3	708,1	710,8	713,6	716,4
1,27	719,1	721,9	724,7	727,4	730,2	732,9	735,7	738,5	741,2	744,0
1,28	746,7	749,5	752,3	755,1	757,8	760,6	763,4	766,1	768,9	771,7
1,29	774,4	777,2	780,0	782,8	785,6	788,3	791,1	793,9	796,7	799,5
1,30	802,3	805,0	807,8	810,6	813,4	816,2	819,0	821,8	824,6	827,4
1,31	830,2	833,1	835,9	838,7	841,5	844,3	847,1	849,9	852,7	855,5
1,32	858,3	861,2	864,0	866,8	869,6	872,4	875,3	878,1	880,9	883,7
1,33	886,5	889,4	892,2	895,0	897,9	900,7	903,5	906,4	909,2	912,0
1,34	914,8	917,7	920,5	923,3	926,2	929,0	931,8	934,7	937,5	940,3
1,35	943,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Ergänzungstabelle

4. Dezimale der Dichte	1	2	3	4	5	6	7	8	9
g Extrakt/l	0,26	0,52	0,78	1,04	1,30	1,56	1,82	2,08	2,34

4. REDUZIERENDE ZUCKER

4.1. DEFINITION

Die reduzierenden Zucker, die sich aus den Gesamtzuckern mit einer Keto- und Aldehydgruppe zusammensetzen, werden durch Reduzierung einer alkalischen Kupfersalzlösung bestimmt.

Dazu sind 2 Vorgänge erforderlich, nämlich die Klärung und die eigentliche Bestimmung.

4.2. PRINZIP DER METHODEN

a) Klärung

- Bei Rotweinen: durch basisches Bleiacetat,
- bei anderen Erzeugnissen: durch Zinkferrocyanid.

b) Die *Bestimmung* erfolgt in der Weise, daß eine bestimmte Menge einer alkalischen Kupfersalzlösung mit dem geklärten Wein reagiert und der Überschuß an Kupferionen jodometrisch bestimmt wird.

4.3. KLÄRUNG

Vor jeder Bestimmung sind die zuckerfremden reduzierenden Stoffe mit einer der nachfolgend beschriebenen Methoden zu entfernen:

a) Rotwein:

- Klärung durch basisches Bleiacetat

Lösungen

Basische Bleiacetatlösung

Neutrales Bleiacetat	300 g,
Bleioxid	100 g,
Destilliertes Wasser	700 g.

Der Ansatz wird mehrere Tage stehen gelassen und von Zeit zu Zeit geschüttelt. Die abfiltrierte Lösung muß eine Dichte von 1,32 aufweisen.

Durchführung der Klärung

50 ml Wein werden in einen 100-ml-Meßkolben gefüllt, (n — 0,5) ml n-Natronlauge (n = ml 0,1 n Natronlauge, die 5 ml Wein neutralisieren) zugefügt und unter Schütteln mit 2,5 ml 0,1 n Essigsäure und 2,5 ml basischer Bleiacetatlösung versetzt. Nach 15 Minuten Reaktionszeit werden 5 ml einer 7,6% igen Dinatriumhydrogenphosphatlösung zugesetzt. Es wird geschüttelt, mit Wasser bis nahe zur Marke aufgefüllt, nochmals gemischt und 15 Minuten stehen gelassen. Dann wird bis zur Marke aufgefüllt und filtriert.

1 ml Filtrat entspricht 0,5 ml Wein.

b) Andere Erzeugnisse:

- Klärung mit Zinkferrocyanid.

Lösungen

Lösung I: Kaliumferrocyanidlösung

Kaliumferrocyanid	150 g,
Wasser	zu 1 000 ml;

Lösung II: Zinksulfatlösung

Zinksulfat	300 g,
Wasser	zu 1 000 ml.

Durchführung der Klärung

In einen 100-ml-Meßkolben gibt man folgende Mengen Wein (bzw. Most oder Mistelle):

1. *Moste und Mistellen*: Die zu untersuchende Flüssigkeit wird 10 : 100 verdünnt. 10 ml dieser Verdünnung werden zur Bestimmung verwendet.
2. *Süßwein, Dessertwein und Weine*, deren Dichte zwischen 1,005 und 1,038 beträgt: Die zu untersuchende Flüssigkeit wird 20 : 100 verdünnt. 20 ml dieser Verdünnung werden zur Bestimmung verwendet.
3. *Vollmundige Weine*, deren Dichte zwischen 0,997 und 1,006 liegt: 20 ml des unverdünnten Weines werden zur Bestimmung verwendet.
4. *Trockene Weine*: Zur Bestimmung werden 50 ml des unverdünnten Weines verwendet.

Zu der entsprechenden Verdünnung werden 5 ml Lösung I und 5 ml Lösung II gegeben, gemischt und zur Marke aufgefüllt. Nach 10 Minuten Wartezeit wird filtriert.

1. 1 ml Filtrat entspricht 0,01 ml Most oder Mistelle.
2. 1 ml Filtrat entspricht 0,04 ml Süßwein.
3. 1 ml Filtrat entspricht 0,20 ml vollmundigem Wein.
4. 1 ml Filtrat entspricht 0,50 ml trockenem Wein.

4.4. BESTIMMUNG DER ZUCKER**Invertzucker-Eichlösung zur Überprüfung**

Das gewählte Bestimmungsverfahren ist mit einer Invertzucker-Eichlösung zu überprüfen, die folgendermaßen hergestellt wird:

Invertzuckerlösung (10 g/l)

In einem 1-l-Meßkolben werden gemischt:

reine trockene Saccharose	9,50 g,
Wasser	ca. 100 ml,
Salzsäure z.A. ($d = 1,18 - 1,19$)	5 ml.

Nach 7 Tagen bei 10 bis 15 °C oder nach 3 Tagen bei 20 bis 25 °C ist die Saccharose vollständig hydrolysiert. Die Lösung wird bei 20 °C auf einen Liter aufgefüllt. Diese Säurelösung hält sich ohne weiteres 1 Monat lang. Kurz vor der Verwendung ist der größte Teil der freien Säure durch Natronlauge zu neutralisieren (diese Lösung ist etwa 0,06 n sauer).

Anmerkung:

Die Inversion kann dadurch beschleunigt werden, daß die angesäuerte Saccharoselösung in einem 200-ml-Kolben in einem 60 °C warmen Wasserbad auf 50 °C erwärmt und 15 Minuten auf dieser Temperatur gehalten wird. Nach 30 minütigem Abkühlen bei Raumtemperatur wird der Kolben mit kaltem Wasser weiter abgekühlt, die Lösung in einen 1-l-Meßkolben gebracht und bei 20 °C zur Marke aufgefüllt.

Für die Überprüfung der gewählten Methode wird die Bestimmung mit mehreren Verdünnungen, die dem gesamten in Frage kommenden Konzentrationsbereich entsprechen, durchgeführt.

JODOMETRISCHE BESTIMMUNG DER ÜBERSCHÜSSIGEN KUPFERIONEN

Die aus der geklärten Flüssigkeit aus der alkalischen Kupfersalzlösung entstandene Kupfermenge wird jodometrisch bestimmt.

Lösungen**Alkalische Kupfersalzlösung**

Kupfersulfat z.A. ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	25 g,
Citronensäure	50 g,
Natriumcarbonat, krist., $10 \text{H}_2\text{O}$	388 g,
Wasser	zu 1 000 ml.

Man löst das Kupfersulfat in 100 ml Wasser, die Citronensäure in 200 ml Wasser und das Natriumcarbonat in 250 ml heißem Wasser. Zunächst werden die Citronensäure- und die Natriumcarbonatlösung gemischt. Sodann fügt man die Kupfersulfatlösung hinzu und füllt zu einem Liter auf.

30% ige Kaliumjodidlösung

Kaliumjodid 30 g,
Wasser zu 100 ml.

Aufbewahrung in dunkler Flasche.

25% ige Schwefelsäure

Schwefelsäure z.A. 25 ml,
Wasser zu 100 ml.

Man gibt die Säure in das Wasser, läßt abkühlen und füllt dann auf 100 ml auf.

Stärkelösung: 5 g/l, die 200 g/l Natriumchlorid zur Haltbarmachung enthält. Zur Herstellung wird die Lösung 10 Minuten zum Sieden erhitzt.

0,1 n Natriumthiosulfatlösung.

Durchführung der Bestimmung

In einen 300-ml-Erlenmeyerkolben werden 25 ml der alkalischen Kupfersalzlösung und 25 ml der geklärten Flüssigkeit gegeben. Diese Zuckerlösung darf nicht mehr als 60 mg Invertzucker enthalten.

Man fügt einige Bimssteinkörnchen hinzu, bringt die Lösung innerhalb von 2 Minuten am Rückfluß zum Sieden und hält genau 10 Minuten lang im Sieden.

Danach kühlt man sofort unter fließendem kaltem Wasser. Nach vollständigem Abkühlen werden 10 ml 30% ige Kaliumjodidlösung, 25 ml 25% ige Schwefelsäure und 2 ml Stärkelösung zugegeben.

Man titriert mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung. n = Anzahl der verbrauchten ml Thiosulfatlösung.

Außerdem ermittelt man den Blindwert, indem 25 ml Zuckerlösung durch 25 ml destilliertes Wasser ersetzt werden. n' = Anzahl der verbrauchten ml Thiosulfatlösung.

Berechnung

Die in der untersuchten Flüssigkeit enthaltene Zuckermenge, berechnet als Invertzucker im Verhältnis zur Menge $n' - n$ ml verbrauchter Thiosulfatlösung ist der nachstehenden Tabelle zu entnehmen.

Der Invertzuckeranteil des Weines pro Liter wird in Gramm angegeben unter Berücksichtigung der während der Klärung durchgeführten Verdünnungen und der Probenmenge.

Umrechnungstabelle (ml 0,1 n-Natriumthiosulfatlösung ($n' - n$)ml und reduzierende Zucker in mg)

0,1 n-Na ₂ S ₂ O ₃ in ml	reduz. Zucker in mg	Differenz	0,1 n-Na ₂ S ₂ O ₃ in ml	reduz. Zucker in mg	Differenz
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,6	18	47,1	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			

5. SACCHAROSE

5.2. PRINZIP DER METHODEN

a) Referenzmethode

aa) Für die qualitativen Nachweise: Dünnschichtchromatographie

Die Saccharose wird in Mosten und Weinen nach dünnschichtchromatographischer Trennung von Glucose und Fructose auf mit Natriumacetat imprägnierten Kieselgel-G-Platten identifiziert.

Das Reagens (Thiobarbitursäure und Trichloressigsäure) wird dem Fließmittel (Äthylacetat, Isopropanol und Wasser) zugesetzt. Aus der Saccharose entsteht bei der Erwärmung in saurem Milieu Hydroxymethylfurfurol, welches mit Thiobarbitursäure zu einer gelborange gefärbten Verbindung reagiert.

bb) Für die Bestimmung nach Inversion:

Die Saccharose wird durch Vergleich des Reduktionsvermögens des geklärten Weines vor und nach salzsaurer Hydrolyse nachgewiesen. Die Klärflüssigkeit wird nach den im Kapitel „Reduzierende Zucker“ beschriebenen Verfahren hergestellt.

Die Bestimmung der reduzierenden Zucker vor und nach der Hydrolyse wird nach der im Kapitel „Reduzierende Zucker“ beschriebenen Methode durchgeführt.

b) Gebräuchliche Methode

aa) Für die qualitativen Untersuchungen: die Kolorimetrie

Der Wein wird mit Bleiacetat, Magnesiumoxid und Kaliumpermanganat bei pH = 8 bis 9 geklärt. Auf den so geklärten Wein läßt man bei 100 °C eine salz- oder essigsäure Diphenylaminlösung einwirken. Das bei Anwesenheit von Saccharose entstandene Kondensationsprodukt löst sich mit blauer Farbe in Chloroform.

bb) Für die Bestimmung nach Inversion: siehe Punkt a) bb).

5.3. 1) QUALITATIVE UNTERSUCHUNGEN

REFERENZMETHODE

Dünnschichtchromatographische Methode

Geräte:

— Geräte für die Dünnschichtchromatographie:

- Plattenstrichgerät,
- Trockengestell,
- Chromatographiekammer,
- Blutzuckerpipette oder Mikropipette;
- Umluft-Trockenschrank.

Lösungen und Reagenzien:

- Kieselgel G,
- 0,02 n-Natriumacetatlösung ⁽¹⁾,
- Fließmittel mit Entwickler.

Es werden gemischt:

Äthylacetat	65 Teile,
Isopropanol	30 Teile,
Wasser	5 Teile.

⁽¹⁾ Herstellung der Platten: 30 g Kieselgel G und 60 ml 0,02 n-Natriumacetatlösung werden zu einer homogenen Suspension gemischt und diese auf die Platten mit einer Schichtdicke von 0,30 mm aufgetragen.

Vor der Verwendung werden hinzugefügt:

0,3% 2-Thiobarbitursäure,
5 % Trichloressigsäure.

Vergleichslösungen:

0,05% Saccharoselösung,
Lösungen von Saccharose und reduzierenden Zuckern.

Man stellt folgende Lösungen her:

A = 0,5% Saccharoselösung,
B = 5% ige Lösungen von Glucose und Fructose.

In 10-ml-Meßkolben gibt man 1 ml Lösung A und 1, 2, 3, 4 und 5 ml Lösung B und füllt mit destilliertem Wasser zur Marke auf. Man erhält so eine Verdünnungsreihe der Vergleichslösungen mit steigendem Gehalt an reduzierenden Zuckern.

Vorbereitung der Probe

Ist der Wein intensiv gefärbt, so ist es erforderlich, ihn vor dem Auftragen auf die Platte mit Kohle zu entfärben.

Chromatographie

Die zu untersuchenden Flüssigkeiten werden auf eine Startlinie, die sich 2,5 cm hoch über dem unteren Plattenrand befindet, in einem Abstand von jeweils 3 cm aufgetragen; der seitliche Rand beträgt ebenfalls 3 cm.

Je nach dem zu erwartenden Gehalt an reduzierenden Zuckern trägt man 1 bis 5 μ l der Probe auf. Jeder Fleck soll nicht mehr als 0,25 mg reduzierende Zucker enthalten. 5 μ l der Vergleichslösungen werden ebenfalls aufgetragen. Um den Durchmesser der Auftragspunkte möglichst klein zu halten, trägt man in kleinen Mengen mehrmals auf und trocknet zwischendurch mit einem leichten kalten Luftstrom. Es empfiehlt sich, vor dem Einstellen der Platte in die mit dem Fließmittel beschickte Chromatographiekammer die Kieselgelschicht in einer Breite von 0,5 cm von den seitlichen Rändern zu entfernen. Es wird in übersättigter Atmosphäre chromatographiert.

Man chromatographiert bis zu einer Steighöhe von 16 cm.

Die Platte wird sodann in bewegter Luft getrocknet und anschließend 15 Minuten bei 105 °C im Umluft-Trockenschrank, parallel zur Luftbewegung, erhitzt.

Bei Anwesenheit von Saccharose erscheint ein gelborangefarbiger Fleck, dessen Rf-Wert dem der Saccharose-Vergleichslösung entspricht. Glucose und Fructose geben einen orangeroten Fleck, dessen Rf-Wert oberhalb desjenigen der Saccharose liegt.

5.4. GEBRÄUHLICHE METHODE

Colorimetrische Methode

Lösungen:

- Blei(II)acetat neutral kristallisiert,
- Magnesiumoxid, schwer,
- 0,2% ige Kaliumpermanganatlösung,
- Chloroform,
- Diphenylaminreagens: 10 ml einer 10% igen Diphenylaminlösung in absolutem Äthanol werden mit 20 ml Eisessig und 70 ml reiner Salzsäure (d_4^{20} : 1,18 — 1,19) versetzt.

Es ist zweckmäßig, die Reinheit der Reagenzien zu überprüfen: 2 ml des Diphenylaminreagens werden mit 2 ml destilliertem Wasser auf einem Wasserbad 5 Minuten erhitzt. Die Lösung wird durch Einstellen in kaltes Wasser sofort gekühlt und sodann mit 1 ml Chloroform ausgeschüttelt. Es darf keine Blaufärbung auftreten.

Durchführung der Bestimmung

100 bis 200 mg Magnesiumoxid und etwa 200 mg neutrales Bleiacetat werden in 10 ml Wasser gelöst und auf einem Wasserbad von 90 bis 95 °C während 3 bis 5 Minuten erhitzt und 2 ml Wein oder blanker Most mit einem Gesamtzuckergehalt unter 1% werden zugefügt.

Die Probe ist gegebenenfalls auf diesen Grenzwert an Gesamtzucker entsprechend zu verdünnen.

Es ist darauf zu achten, daß Bleiacetat in ausreichender Menge, jedoch nicht im Überschuß vorliegt, da hierdurch die Empfindlichkeit der Reaktion herabgesetzt wird. Zu diesem Zweck fügt man zu der überstehenden klaren Flüssigkeit tropfenweise eine konzentrierte neutrale Bleiacetatlösung so lange zu, bis sich kein Niederschlag mehr bildet. Nach dem Schütteln wird die Lösung zum Absetzen auf ein Wasserbad gestellt. Zur Entfernung des Bleiüberschusses fügt man sodann eine gesättigte Natriumsulfatlösung zu.

Nach Zugabe von 0,5 ml Kaliumpermanganatlösung erwärmt man die Mischung 10 Minuten lang auf einem Wasserbad von 90 bis 95 °C. Durch Eintauchen in kaltes Wasser kühlt man schnell und filtriert anschließend.

Eine sich entwickelnde Gelbfärbung stört die nachfolgende Reaktion nicht.

In ein Reagenzglas werden 2 ml des Filtrates und 2 ml Diphenylaminreagens pipettiert und die Mischung in einem siedenden Wasserbad genau 5 Minuten erhitzt. Man kühlt sofort in kaltem Wasser, fügt 1 ml Chloroform zu und extrahiert sofort die entstandene Färbung.

Trockene Weine, ohne Zusatz von Saccharose, ergeben eine mehr oder weniger leichte graublau Färbung; bei Anwesenheit von Saccharose entwickelt sich eine deutliche Blaufärbung.

Süßweine, Moste und Mostkonzentrate geben bei Abwesenheit von Saccharose eine gelbe Farbe; bei Anwesenheit von Saccharose entsteht eine deutliche Grünfärbung.

Empfindlichkeit: 0,2 mg in der Probemenge.

5.5. BESTIMMUNG NACH INVERSION**EINZIGE METHODE****Durchführung der Bestimmung**

In zwei gleiche Gefäße A und B wird die gleiche Probemenge der gemäß den im Kapitel „Reduzierende Zucker“ beschriebenen Methoden hergestellten geklärten Flüssigkeit gegeben. Dann gibt man in die Gefäße A und B auf je 10 ml der gezuckerten Flüssigkeit 0,3 ml reine Salzsäure. In das Gefäß A fügt man sofort die gleiche Menge 12 n Natronlauge hinzu (d.h. 0,3 ml auf je 10 ml der gezuckerten Flüssigkeit) und bestimmt die reduzierenden Zucker nach dem Verfahren, das für die im Kapitel „Reduzierende Zucker“ beschriebenen Methode vorgesehen ist.

Das Gefäß B, die saure Zuckerlösung enthaltend, wird 2 Minuten in ein siedendes Wasserbad gestellt. Man kühlt bei Raumtemperatur 15 Minuten lang ab, sodann wird die gleiche Menge 12 n Natronlauge wie im Kolben A zugefügt und die Bestimmung durchgeführt.

Die Differenz der Menge an reduzierenden Zuckern, die nach diesen beiden Bestimmungen gefunden wird, multipliziert mit 0,95, ergibt die Saccharosemenge in der Probe. Der Gehalt an Saccharose im Wein wird unter Berücksichtigung einer etwaigen Verdünnung bei der Klärung und des Volumens der Probemenge in Gramm in einem Liter angegeben.

6. ASCHE

6.1. DEFINITION

Als Asche bezeichnet man die Gesamtheit der Stoffe, die durch Veraschung des Abdampfrückstands des Weines erhalten werden. Die Veraschung wird in der Weise durchgeführt, daß die Gesamtheit der Kationen (außer Ammonium) in der Carbonatform oder anderen wasserfreien Mineralsalzen vorliegt.

6.2. PRINZIP DER METHODE

Die Veraschung des Weinextrakts wird bis zur vollständigen Verbrennung des Kohlenstoffes bei 500 bis 550 °C durchgeführt.

Die Menge der Asche wird in Gramm in 1 Liter auf 0,03 g genau angegeben.

6.3. EINZIGE METHODE

In eine auf $\frac{1}{10}$ mg genau gewogene Platinschale (Durchmesser 70 mm; Höhe 25 mm) mit flachem Boden werden 20 ml Wein pipettiert. Man verdampft vorsichtig, nach Möglichkeit auf dem Wasserbad. Der Rückstand wird etwa $\frac{1}{2}$ Stunde auf einer Heizplatte oder unter einem Infrarotstrahler bei mäßiger Hitze bis zur Verkohlung erhitzt. Wenn keine Dämpfe mehr entweichen, wird die Platinschale in einen Muffelofen mit Entlüftung auf $525\text{ °C} \pm 25^\circ$ erhitzt. Nach 5 Minuten, wenn eine vollständige Verkohlung stattgefunden hat, nimmt man die Platinschale aus dem Muffelofen, fügt 5 ml Wasser hinzu und bringt wiederum auf dem Wasserbad oder unter einem Infrarotstrahler zur Trockne. Danach glüht man wiederum bei 525 °C.

Wenn nach 15 Minuten die Veraschung noch nicht vollständig ist, wiederholt man den oben beschriebenen Vorgang — Auswaschen der Kohleteilchen mit Wasser, Trocknen und Veraschen.

Bei zuckerreichen Weinen ist es üblich, vor der ersten Veraschung einige Tropfen reines Pflanzenöl zuzufügen, um ein Überschäumen des Schaleninhalts zu vermeiden. Die erste Veraschungszeit wird auf 15 Minuten verlängert.

Nach dem Abkühlen im Exsikkator wird die Schale gewogen. Das Gewicht der Asche wird mit 50 multipliziert und in g/l ausgedrückt.

7. ASCHENALKALITÄT

7.1. DEFINITIONEN

Als *Gesamtalkalität der Asche* bezeichnet man die Summe der Kationen (außer Ammonium), die an die organischen Säuren des Weines gebunden sind.

Als *Teilalkalität der Asche* bezeichnet man die Alkalität, die den in der Asche enthaltenen Karbonaten, Oxiden und Silikaten entspricht.

Der *Alkalität von einem Gramm Asche (Alkalitätszahl)* wird durch Division der Gesamtalkalität, berechnet als Kaliumcarbonat in Gramm, durch das Gewicht der Asche ausgedrückt.

7.2. PRINZIP DER METHODEN

a) Gesamtalkalität:

Rücktitration der überschüssigen Schwefelsäure nach Erwärmung; Methylorange als Indikator.

b) Teilalkalität:

Rücktitration der überschüssigen Schwefelsäure in Gegenwart eines geringen Überschusses an Cer-III-Ionen auf einen pH von 4,5.

Angabe der Ergebnisse

Die Aschenalkalität wird in Milliäquivalenten in 1 Liter — auf 0,5 mval genau — und in Gramm Kaliumcarbonat in 1 Liter angegeben.

7.3. a) GESAMTALKALITÄT

EINZIGE METHODE

Durchführung der Bestimmung

Nach dem Auswägen der Asche fügt man 10 ml 0,1 n Schwefelsäure zu und erhitzt 15 Minuten unter öfterem Reiben des Schalenbodens mit einem Glasstab zur Lösung der schwerlöslichen Aschenanteile auf dem Wasserbad. Nach Zugabe von 2 Tropfen Methylorange-Indikator (1:1 000) wird der Überschuß an Schwefelsäure mit 0,1 n Natronlauge bis zum Farbumschlag nach Gelb titriert. n = Milliliter verbrauchte Natronlauge.

Berechnung

Die Aschenalkalität beträgt:

5 (10 — n) Milliäquivalente in 1 Liter,

0,345 (10 — n) Gramm Kaliumcarbonat in 1 Liter.

Die Alkalität von 1 Gramm Asche (Alkalitätszahl) ist: Verhältnis der Kaliumcarbonat-Alkalität zum Gewicht der Asche.

7.4. b) TEILALKALITÄT

EINZIGE METHODE

Lösungen

a) Mischindikator: 0,04 g Methylorange werden in 20 ml destilliertem Wasser gelöst. 0,2 g Bromkresolgrün und 0,04 g Methylrot werden in 80 ml Äthanol gelöst. Beide Lösungen werden gemischt. Bei pH 4,5 entsteht eine reine Graufärbung.

b) Cer(III)chloridlösung: 10 g $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, reinst, werden in einem Meßzylinder mit destilliertem Wasser zu 12,5 ml gelöst.

Durchführung der Bestimmung

Die Asche von 20 ml Wein wird in 10 ml 0,1 n Schwefelsäure gelöst und zum Austreiben der Kohlensäure gekocht. Nach dem Abkühlen fügt man 2 Tropfen Mischindikator und 2 Tropfen (im Falle stark phosphathaltiger Weine 4 Tropfen) Cer(III)chloridlösung zu und titriert mit 0,1 n Natronlauge bis zum Farbumschlag nach Grau. Zur Prüfung, ob eine ausreichende Menge Cer(III)chloridlösung zugesetzt worden war, setzt man noch einen Tropfen dieser Lösung zu. Tritt eine orangerote Färbung auf, wird nochmals 0,1 n Natronlauge bis zum Auftreten eines rein grauen Farbtones zugegeben.

Berechnung

Wie oben beschrieben.

8. GESAMTSÄURE

8.1. DEFINITION

Die Gesamtsäure ist die Summe aller titrierbaren Säuren in einem Wein; die Titration erfolgt bis zum pH 7,0. Kohlensäure sowie freie und gebundene schweflige Säure sind in der Gesamtsäure nicht inbegriffen.

Kohlendioxid wird aus dem Wein durch Schütteln in der Kälte unter vermindertem Druck entfernt.

8.2. PRINZIP DER METHODEN

Referenzmethode: Potentiometrische Titration.

Gebräuchliche Methode: Endpunktbestimmung mit Bromthymolblau als Indikator.

Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an Gesamtsäure wird in Milliäquivalenten in 1 Liter auf 2 mval genau angegeben oder in Gramm in 1 Liter, berechnet als Weinsäure.

8.3. REFERENZMETHODE

Durchführung der Bestimmung

a) Entfernung des Kohlendioxids und der schwefligen Säure:

Zunächst muß der Wein von Kohlendioxid und schwefliger Säure befreit werden. Hierzu werden 100 ml Wein in einen 500-ml-Kolben am Rückfluß erhitzt, nachdem vorher der Gasraum des Kolbens mit Stickstoff gefüllt wurde. Während des Erkaltens wird ein schwacher Stickstoffstrom durch den Kolben geleitet.

b) Titration:

20 ml Wein werden in einem Becherglas langsam, unter ständigem Rühren mit 0,1 n Natronlauge titriert, bis die Messung mit einer Glaselektrode bei 20 °C den pH-Wert 7 ergibt. Die Dauer der Durchführung soll mindestens 5 Minuten betragen.

Angabe der Ergebnisse

Das Ergebnis wird in Milliäquivalenten in 1 Liter ausgedrückt oder in Gramm in 1 Liter, berechnet als Weinsäure.

8.4. GEBRÄUHLICHE METHODE

Das Kohlendioxid wird zunächst entfernt, indem 50 ml Wein in einem unter Wasserstrahlvakuum stehenden 1-Liter-Kolben 1 bis 2 Minuten lang geschüttelt werden, bis die Entbindung des gelösten Gases aufgehört hat. Von diesem Wein werden 10 ml für die Messung der Gesamtsäure und 20 ml für die Messung der flüchtigen Säure entnommen.

Anmerkung:

Da die Gesamtsäure bei pH 7 mit Bromthymolblau als Indikator bestimmt wird, stellt man in einem Vorversuch eine Farbvergleichslösung mit pH = 7 her.

Die Acidität der freien und gebundenen schwefligen Säure wird unter Anwendung der Formel berücksichtigt, in der n' und n'' die Volumina an 0,01 n Jodlösung darstellen, die für die Oxydation der freien und gebundenen schwefligen Säure benötigt werden, welche sich bei der Bestimmung der flüchtigen Säure im Destillat aus 20 ml Wein findet (siehe Durchführung der Bestimmung der flüchtigen Säure).

Lösungen

a) 0,05 n Natronlauge, frei von CO₂;

b) Bromthymolblau	4 g,
neutraler Alkohol	200 ml
aflösen und hinzufügen:	
CO ₂ -freies Wasser	200 ml,
n Natronlauge bis zur blaugrünen Färbung (pH 7)	7,5 ml ungefähr,
Wasser	zu 1 000 ml;

c) Pufferlösung pH 7:

Kaliumdihydrogenphosphat	107,3 g,
n Natronlauge	500 ml,
Wasser	zu 1 000 ml.

Durchführung der Bestimmung

1. Vorversuch zur Herstellung der Farbvergleichslösung. — In einer Kristallisierschale von 12 cm Durchmesser werden 25 ml ausgekochtes Wasser und 1 ml Bromthymolblaulösung (4 g/l) mit 5 ml decarbonisiertem Wein versetzt. Man neutralisiert mit 0,05 n Natronlauge bis zum Farbumschlag nach blaugrün und fügt sodann 5 ml der Pufferlösung pH 7 zu.
2. Bestimmung. — In einer Kristallisierschale von 12 cm Durchmesser werden 30 ml ausgekochtes Wasser und 1 ml Bromthymolblaulösung (4 g/l) mit 5 ml decarbonisiertem Wein versetzt. Man fügt 0,05 n Natronlauge zu, bis eine Färbung erreicht ist, die unter den gleichen Beobachtungsbedingungen der im Vorversuch erhaltenen gleich ist.

n = Anzahl der verbrauchten Milliliter Lauge.

Berechnung

Die Gesamtsäure wird in Milliäquivalenten in 1 Liter ausgedrückt:

$$10 n - 0,35 n' - 0,25 n''$$

oder in Gramm Weinsäure in 1 Liter:

$$0,75 (n - 0,035 n' - 0,025 n'')$$

Anmerkungen:

1. Bei Weißweinen, Schillerweinen und hellen Rotweinen kann die Weinmenge verdoppelt werden. Man geht dann von 10 ml Wein aus und titriert mit 0,1 n Natronlauge. Die Formeln und die Berechnungen sind die gleichen.
2. Werden mehrere Weine gleicher Herkunft bestimmt, wird nur eine Farbvergleichslösung für alle Bestimmungen hergestellt. Im Zweifelsfall kann nach der Bestimmung durch Zusatz von einigen Millilitern Pufferlösung pH 7 festgestellt werden, ob sich der Farbton verändert hat.

9. FLÜCHTIGE SÄURE

9.1. DEFINITION

Die *flüchtige Säure* setzt sich aus den Homologen der Essigsäure zusammen, die im Wein in freier oder salzartig gebundener Form enthalten sind.

9.2. PRINZIP DER METHODE

Einzigste Methode. — Die flüchtige Säure wird durch Wasserdampf, der anschließend rektifiziert wird, vom Wein getrennt. Vor der Wasserdampfdestillation werden dem Wein (20 ml) rund 0,5 g Weinsäure zugesetzt. Kohlendioxid darf im Destillat auf keinen Fall enthalten sein. Als Indikator dient Phenolphthalein. Die freie und gebundene schweflige Säure sind in der flüchtigen Säure nicht inbegriffen und müssen im Ergebnis entsprechend berücksichtigt werden, ebenso eventuell vorhandene Sorbinsäure.

9.3. ANGABE DER ERGEBNISSE

Die flüchtige Säure wird in Milliäquivalenten auf 0,5 genau angegeben.

EINZIGE METHODE

Apparatur

Die Apparatur besteht aus einem Dampfwärmer, einem Siedekolben, in den der Wein eingefüllt wird, einer Rektifizierkolonne und einem Kühler.

Angesichts der großen Anzahl vorgeschlagener und denkbarer Geräte und mit Rücksicht auf die Schwierigkeiten, mit denen zu rechnen wäre, wenn für alle Länder nur ein einziges Gerät bindend vorgeschrieben würde, erweist es sich als zweckmäßiger, die Mindestanforderungen, die jedes Gerät und jede Verfahrensweise zur genauen Bestimmung der oben definierten flüchtigen Säure erfüllen muß, wie folgt festzulegen:

1. Der entwickelte Wasserdampf muß insoweit frei von CO₂ sein, daß in 250 ml Destillat nach Zusatz von 0,1 ml 0,1 n Lauge und 2 Tropfen 1% iger Phenolphthaleinlösung die entstehende Färbung mindestens 10 Sekunden bestehen bleibt.
2. Bei der angewandten Verfahrensweise müssen sich von einer anstatt Wein in das Siedegefaß eingefüllten wässrigen Essigsäurelösung 99,5% im Destillat wiederfinden.
3. Wenn man unter den gleichen Bedingungen, unter denen 99,5% der Essigsäure in das Destillat übergehen, anstelle des Weines reine n-Milchsäure destilliert, dürfen davon höchstens 0,5% in das Destillat übergehen.

Jeder Apparat und jede Verfahrensweise, die den oben genannten Anforderungen entspricht, erhält die Attribute „offiziell“ und „international“.

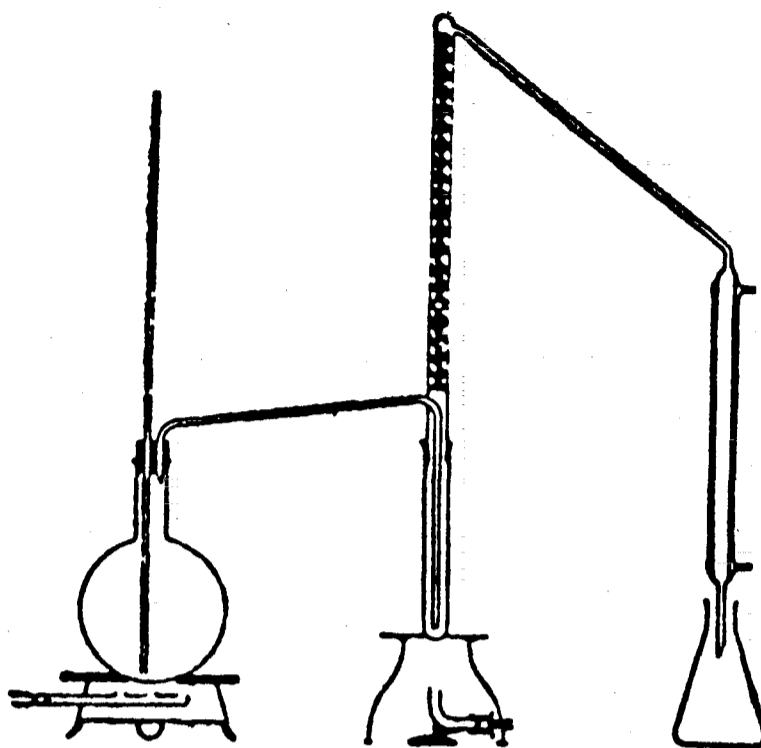
Die beiden anschließend beschriebenen Geräte genügen diesen Bedingungen. Während das erste für Laboratorien geeignet ist, die nicht ständig solche Bestimmungen ausführen, ist die zweite Apparatur für Laboratorien bestimmt, die Routineanalysen in kurzer Zeit ausführen müssen.

1. KLEINER APPARAT

Der Apparat besteht aus einem 1 500-ml-Kolben als Dampfwärmer und einem Zylinder von 3 cm Durchmesser und 27 cm Höhe als Siedegefaß. Das Siedegefaß wird entweder elektrisch oder durch eine Gasflamme erhitzt, wobei im letzteren Fall eine zu starke Erhitzung durch ein Blech von 15 cm Durchmesser vermieden wird, in dessen Öffnung von 29 mm Durchmesser der untere Teil des Siedegefaßes eingesetzt wird. Man beugt so einer thermischen Zersetzung des Weines vor. Die Heizung wird so geregelt, daß sich das Volumen des Weines während der Wasserdampfdestillation nicht mehr als um höchstens 5 ml vermehrt oder verringert. Das Dampfleitungsrohr soll bis auf einen Zentimeter an den Boden des Siedegefaßes reichen.

Der mit flüchtigen Säuren angereicherte Dampf strömt durch eine Rektifizierkolonne, die aus einem Rohr mit einem Durchmesser von 20 mm und einer Höhe von 50 cm besteht, in welchem sich eine Schraube aus geripptem rostfreiem Stahl (Nr. 100) mit 15 mm Ganghöhe befindet.

Der Dampf wird durch einen senkrecht angeordneten Westkühler von 40 cm Höhe kondensiert.



Kleiner Apparat für Destillation der flüchtigen Säure

Durchführung der Bestimmung

Das Dampfentwicklungsgefäß wird mit Kalkwasser oder klarem Barytwasser gefüllt. In das Siedegefäß bringt man 20 ml des zuvor unter Schütteln im luftleeren Raum bei gewöhnlicher Temperatur von CO_2 befreiten Weines. Nach dem Ansäuern mit etwa 0,5 g Weinsäure werden innerhalb von 12 bis 15 Minuten 250 ml Destillat aufgefangen.

Titration

Man titriert die Acidität mit 0,1 n Lauge in Gegenwart von 2 Tropfen 1% iger neutraler alkoholischer Phenolphthaleinlösung. Laugenverbrauch: n ml. Sogleich nach der acidimetrischen Titration wird mit einem Tropfen Salzsäure angesäuert; dann werden 2 ml Stärkelösung und ein Kristall Kaliumjodid zugesetzt und die freie schweflige Säure mit 0,01 n Jodlösung titriert. Verbrauchte Milliliter Jodlösung: n' ml. Man fügt dann 20 ml gesättigte Boraxlösung zu (die Lösung wird blaßrosa) und titriert erneut mit 0,01 n Jodlösung, bis sich die Stärkelösung wieder färbt. n'' ist die bei dieser zweiten Titration benötigte Menge Jodlösung zur Bestimmung der an Acetaldehyd gebundenen schwefligen Säure.

Die flüchtige Säure beträgt dann, in Milliäquivalenten je Liter ausgedrückt:

$$5(n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

Anmerkung I:

Für den Fall, daß die Proben Salicylsäure enthalten, muß die überdestillierte Salicylsäure bei $\text{pH } 3 \pm 0,5$ kolorimetrisch gemessen und vom obigen Resultat abgezogen werden.

Anmerkung II:

Handelt es sich um Weine, denen Sorbinsäure zugesetzt wurde, muß diese anhand einer vor der Titration entnommenen kleinen Probe des Destillats bestimmt werden, da sie gleichzeitig mit der Essigsäure fast unvermindert in das Destillat übergeht. Das Volumen dieses Destillats ist mit einem Meßkolben (250 bis 300 ml) zu messen.

Man gibt 0,5 ml Destillat in eine für spektral photometrische Bestimmungen vorgesehene Quarzküvette von 1 cm Schichtdicke und fügt 1,5 ml Lösung A mit folgender Zusammensetzung hinzu ⁽¹⁾:

NaHCO_3	0,5 g	} Lösung A.
$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$	0,001 g	
Wasser	zu 1 000 ml	

Man läßt die Küvette einige Minuten an der Luft stehen und mißt dann die optische Dichte bei 256 nm gegen Wasser. Der Apparat muß zuvor mit einer Lösung aus 20 mg Sorbinsäure in 1 Liter ⁽²⁾ geeicht werden, wobei 0,5 ml dieser Lösung zusammen mit 1,5 ml der Lösung A in die Küvette mit 1 cm Schichtdicke gegeben werden.

⁽¹⁾ Die Lösung soll die Oxydation des überdestillierten SO_2 beschleunigen, da SO_2 bei 256 nm eine merkliche Absorption zeigt.

⁽²⁾ Hierzu werden 20 mg Sorbinsäure in einen 1-Liter-Meßkolben mit etwa 900 ml heißem Wasser geschüttelt und nach dem Abkühlen zur Marke aufgefüllt. Es können auch 26,8 mg Kaliumsorbat in 1 Liter kaltem Wasser gelöst werden.

Die Methode ist für Mengen von 10 bis 300 mg Sorbinsäure je Liter anwendbar. Die Fehlerquote beträgt etwa 1%.

1 g Sorbinsäure entspricht 8,92 ml Normalsäure oder 0,438 g Schwefelsäure. Für einen Wein, dem 200 mg Sorbinsäure in 1 Liter zugesetzt wurden, beträgt der Korrekturwert, der von der flüchtigen Säure abzuziehen ist, 1,8 Milliäquivalent in einem Liter Wein.

2. APPARAT FÜR SCHNELLDESTILLATION

Der Apparat besteht aus einem Dampfentwickler aus Kupfer von 20 Liter Inhalt, der kontinuierlich mit klarem Kalkwasser gespeist wird. Die Heizung ist so ausgelegt, daß unter einem Überdruck von max. 50 cm Wassersäule in 12 Minuten ein kg Wasserdampf entsteht.

Siedegefäß und Rektifizierkolonne sind miteinander verbunden. Das Siedegefäß besteht aus einem U-förmigen Rohr, dessen einer Schenkel (Durchmesser: mindestens 10 mm) mit der Dampfzuleitung verbunden ist. Der andere Schenkel besteht aus einem zylinderförmigen Teil (Durchmesser: 26 mm; 100 mm), an dessen Boden der Dampf durch eine Flügelplatte eintritt. An diesem Zylinder sind übereinander 2 Kugeln, die eine von 500 ml und die andere von 1 000 ml Inhalt geschweißt. Der Wein wird durch eine seitliche, mit Stopfen verschließbare Öffnung gegeben. An der tiefsten Stelle des U-förmigen Rohres befindet sich eine Öffnung, durch die nach beendeter Bestimmung der Destillationsrückstand abgelassen werden kann. Während der Destillation wird diese Öffnung durch einen Kautschukstopfen verschlossen, der mit einem Hebel angedrückt wird. Der zylindrische Teil des Gerätes wird über ein Chromnickelstahlband elektrisch beheizt (350 Watt, 24 Volt), um das aus der Rektifizierkolonne zurückfließende Kondenswasser zu verdampfen.

Die Rektifizierkolonne enthält eine Schraube aus gepreßtem, rostfreiem Stahlblech (Nr. 100) mit einer Höhe von 80 cm und einem Innendurchmesser von 20 mm.

Der Kühler besteht aus rostfreiem Stahlrohr, das durch einen dünnen Wassermantel gekühlt wird.

Der Apparat kann mit Reglereinrichtungen, die eine Fehlbedienung vermeiden und ein halbautomatisches Funktionieren ermöglichen, ausgestattet werden. Der Apparat liefert in 4 Minuten 250 ml Destillat.

Die Bestimmung wird wie oben beschrieben durchgeführt.

10. NICHT FLÜCHTIGE SÄURE

Die Nicht flüchtige Säure ergibt sich aus der Differenz zwischen „Gesamtsäure“ und „Flüchtiger Säure“.

11. WEINSÄURE

11.1. PRINZIP DER METHODEN

a) Referenzmethode

Die Weinsäure wird in Form des Calciumracemats gefällt und gravimetrisch bestimmt. Diese Bestimmung kann durch eine maßanalytische Vergleichsbestimmung ergänzt werden. Die Fällungsbedingungen: pH, Gesamtvolumen der Ausgangslösung, Konzentration der Fällungionen sind so beschaffen, daß die Ausfällung des Calciumracemats vollständig ist, das Calcium-l-tartrat aber in Lösung verbleibt. Sofern dem Wein Metaweinsäure zugefügt wurde, ist diese vorher zu hydrolysieren.

b) Erste gebräuchliche Methode

Die über eine Anionenaustauschersäule isolierte Weinsäure wird im Eluat durch der Messung der mit Vanadinsäure entstehenden Rotfärbung kolorimetrisch bestimmt. Die außerdem im Eluat vorhandene Milchsäure und Apfelsäure stören die Reaktion nicht.

Angabe der Ergebnisse

Die Menge an Weinsäure wird in Milliäquivalenten in 1 Liter auf 0,5 mval/l genau und in Gramm Weinsäure in 1 Liter angegeben.

11.2. REFERENZMETHODE

Reagenzien

Calciumacetatlösung (10 g Calcium in 1 Liter):

Calciumcarbonat z.A.	25 g,
Eisessig	40 ml,
Wasser	zu 1 000 ml.

Kristallisiertes Calciumracemat:

In einem 400-ml-Becherglas werden 20 ml d-Weinsäure (5 g/l), 20 ml Ammonium-l-tartratlösung (6,126 g/l) und 6 ml Calciumacetatlösung (10 g Ca/l) gemischt.

Nach 2 Stunden sammelt man den Niederschlag auf einem Filtertiegel (Porengröße Nr. 4), wäscht den Niederschlag dreimal mit etwa 30 ml destilliertem Wasser und trocknet in einem Trockenschrank bei 70 °C bis zur Gewichtskonstanz. Mit den oben angegebenen Reagenzienmengen erhält man etwa 340 mg kristallisiertes Calciumracemat. Aufbewahrung in einem verschlossenen Gefäß.

Fällungslösung (pH 4,75):

Ammonium-l-tartrat	150 mg,
Calciumacetatlösung (10g Ca/l)	8,8 ml,
Wasser	zu 1 000 ml.

Das Ammonium-l-tartrat löst man in 900 ml Wasser, fügt 8,8 ml Calciumacetatlösung hinzu und füllt auf 1 000 ml auf. Das Calciumracemat ist in dieser Lösung etwas löslich; es ist daher zweckmäßig, 5 mg Calciumracemat/l zuzusetzen, 12 Stunden zu schütteln und dann zu filtrieren.

Durchführung der Bestimmung

In ein 600-ml-Becherglas gibt man unter Rühren mit einem Glasstab und Reiben des Glasstabes an der Becherwand 500 ml der Fällungslösung und 10 ml Wein. Man läßt den Niederschlag 12 Stunden (über

Nacht) absetzen. Dann filtriert man mit Hilfe einer Saugflasche mit Vakuum durch einen gewogenen Filtertiegel (Porengröße Nr. 4) und bringt den Niederschlag unter Verwendung des Filtrats quantitativ in den Filtertiegel.

Man trocknet den Niederschlag bei 70 °C bis zur Gewichtskonstanz und wägt. p = Gewicht des Calciumracemats $\text{Ca}_4\text{O}_6\text{H}_4$ mit 4 Kristallwasser.

Für den Fall, daß Metaweinsäure zugefügt wurde oder man einen solchen Zusatz annimmt, wird wie folgt verfahren:

In ein 50-ml-Erlenmeyerkölbchen mit Schliff gibt man 10 ml Wein und 0,4 ml Essigsäure z.A. Man verschließt das Kölbchen, bringt den Kolbeninhalt zum Kochen und beläßt 30 Minuten im Kochen. Nach dem Abkühlen gießt man die Flüssigkeit in ein Becherglas, wäscht das Erlenmeyerkölbchen 2 mal mit 5 ml Wasser und verfährt wie oben angegeben.

Die Metaweinsäure geht als Weinsäure berechnet in das Ergebnis der Bestimmung ein.

Berechnung und Angabe des Ergebnisses

Ein Molekül Calciumracemat entspricht einem halben Molekül d-Weinsäure des Weines.

Die Weinsäuremenge in 1 Liter Wein beträgt:

384,5 p Milliäquivalente,

28,84 p Weinsäure,

36,15 p Gramm Kaliumhydrogentartrat.

MASSANALYTISCHE VERGLEICHSBESTIMMUNG

Reagenzien

0,2 n Salzsäure (etwa 82 g/l)

0,05molare Komplexon-III-Lösung: 18,61 g Komplexon-III (Dinatriumsalz der Äthyldiamintetraessigsäure) werden mit destilliertem Wasser zu 1 Liter gelöst.

40 % ige Natriumhydroxidlösung (Waschlösung) (g/v): 40 g Natriumhydroxid werden mit destilliertem Wasser zu 100 ml gelöst.

Calcon-Indikator: 1 g Calcon (2-Hydroxy-1-2'-hydroxynaphthyl-l'-azo) naphthalinsulfonsäure-(4)-natriumsalz) wird mit 100 g Natriumsulfat, wasserfrei, verrieben.

Durchführung der Bestimmung

Der in dem Filtertiegel enthaltene Calciumracematniederschlag wird nach dem Wägen in 10 ml verdünnter Salzsäure gelöst und der Filtertiegel mit 50 ml destilliertem Wasser ausgewaschen.

Man fügt 5 ml der Waschlösung (40 % ige Natriumhydroxidlösung), 30 mg Indikator zu und titriert mit 0,05molarer Komplexon-III-Lösung.

n = verbrauchte Milliliter.

Berechnung und Angabe des Ergebnisses

Die Weinsäuremenge in 1 Liter Wein beträgt:

5 n Milliäquivalente,

0,375 n Gramm Weinsäure.

11.3. GEBRÄUHLICHE METHODE

Lösungen

Für die Vorbehandlung des Weines:

- Anionenaustauscher, stark basisch III Merck. — Der Anionenaustauscher muß in der Acetatform vorliegen. Zu diesem Zweck muß man ihn mindestens 1 Tag lang unter 30 % iger Essigsäure aufbewahren. Es ist zweckmäßig, eine größere Menge vorrätig zu halten, indem man eine bestimmte Menge des Austauschers unter 30 % iger Essigsäure aufbewahrt (man gibt 200 ml 30 % ige Essigsäure auf rd. 100 g Austauscher).
- 30 % ige Essigsäure. — 300 ml Essigsäure (Eisessig) werden mit destilliertem Wasser zu 1 Liter aufgefüllt.
- 0,5 % ige Essigsäure. — 5 ml Essigsäure (Eisessig) werden mit destilliertem Wasser zu 1 Liter aufgefüllt.
- 7,1 % ige (0,5 m-)Natriumsulfatlösung. — Die Eluierung erfordert eine größere Menge dieses Reagenzes. 355 g wasserfreies Natriumsulfat werden mit destilliertem Wasser zu 5 Liter gelöst.

Für die Bestimmung der Weinsäure:

- Vanadinreagens.
10 g Ammoniummetavanadat werden in 150 ml n Natronlauge gelöst. Diese Lösung wird in einen 500-ml-Meßkolben übergeführt. Nach Zugabe von 200 ml einer 27 % igen Natriumacetatlösung füllt man mit destilliertem Wasser zur Marke auf.
- 2 n Schwefelsäure (titrierte H_2SO_4 -Lösung),
- 0,1 n Schwefelsäure (titrierte H_2SO_4 -Lösung),
- 0,05 m-Perjodsäurelösung (0,1 n).
10,696 g Natriumperjodat werden in einem 1-Liter-Meßkolben mit 50 ml n-Schwefelsäure versetzt und mit destilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt.
- 10 % ige Glycerinlösung: 10 g doppelt destilliertes Glycerin werden mit destilliertem Wasser zu 100 ml gemischt.
- 7,1 % ige Natriumsulfatlösung: 71 g wasserfreies Natriumsulfat werden in destilliertem Wasser gelöst und zu 1 Liter aufgefüllt.
- Weinsäurelösung 1 g/l:

Weinsäure z.A.	0,500 g,
n-Natronlauge	6,66 ml,
7,1 % ige Natriumsulfatlösung	500 ml.

DURCHFÜHRUNG DER BESTIMMUNG

Herstellung der Anionenaustauschersäule

An einem Glasrohr, etwa 30 cm lang mit einem inneren Durchmesser von 10 bis 11 mm, befindet sich mittels eines durchbohrten Gummistopfens ein Hahn. Das Glasrohr des Hahnes soll die innere Fläche des Korkens nicht überragen, um toten Raum zu vermeiden.

Auf den Gummistopfen legt man etwa 2 bis 3 mm hoch einen Glaswollepfropfen. Man füllt das Rohr mit Wasser und läßt das Wasser bis etwa 5 mm über den Glaswollepfropfen ablaufen. Sodann füllt man das Rohr luftblasenfrei mit etwa 10 ml der Ionenaustauschersuspension in Acetatform. Zu diesem Zweck gießt man die durch Schütteln des unter 30 % iger Essigsäure aufbewahrten Austauschers hergestellte Suspension schnell durch einen Trichter in das Rohr und läßt den Austauscher absetzen. Mit einem Glasstab drückt man einen Glaswollepfropfen durch die Flüssigkeit bis zur Oberfläche des Ionenaustauschers; man vermeidet so, daß beim nachfolgenden Auswaschen der abgelagerte Ionenaustauscher wieder suspendiert wird. Der Austauscher kann nur einmal verwendet werden.

Für die folgende Bestimmung entfernt man den Austauscher in der Weise, daß man den geöffneten Hahn durch ein Glasrohr mit der Wasserleitung verbindet. Der Wasserdruck der Wasserleitung treibt den Inhalt des Glasrohres, außer dem unteren Glaswollepfropfen, der gewöhnlich an seiner Stelle verbleibt, heraus.

Isolierung der Weinsäure durch Ionenaustauscher

Bei geöffnetem Hahn läßt man 30 % ige Essigsäure bis 2 bis 3 mm über den oberen Glaswollepfropfen ablaufen, dann fügt man etwa 10 ml 0,5 % ige Essigsäurelösung auf den Austauscher und markiert mit einem Fettstift die Höhe der Flüssigkeitssäule. Bei voll geöffnetem Hahn läßt man noch einmal die Flüssigkeit bis 2 bis 3 mm über den oberen Glaswollepfropfen abfließen. Man wiederholt diesen Vorgang noch 4 mal mit je 10 ml 0,5 % iger Essigsäure, indem die Säule jedesmal bis zur Marke aufgefüllt wird.

Nach dem letzten Auswaschen schließt man den Hahn und bringt auf den Austauscher 10 ml Wein oder Most (der Gehalt an Zucker, Farbstoffen oder Gerbstoffen kann unberücksichtigt bleiben).

Man läßt den Wein tropfenweise so durchfließen, daß die Tropfengeschwindigkeit 1 bis 1,5 Tropfen in der Sekunde beträgt (das entspricht einer Menge von 25 bis 30 ml in 10 Minuten). Man stoppt den Durchlauf genau über dem oberen Glaswollepfropfen. Dann füllt man das Rohr mit 0,5 % iger Essigsäure bis zur Markierung und läßt in gleicher Geschwindigkeit durchlaufen. Anschließend spült man in der gleichen Weise noch 7 mal mit je 10 ml Wasser aus. Es ist zweckmäßig, beim Ausspülen eine Spritzflasche zu verwenden, um die Wandung bis zur Marke abzuspülen.

Nach dem letzten Ausspülen, wenn die Flüssigkeit noch etwas unter dem oberen Glaswollepfropfen steht, schließt man den Hahn.

Man verwendet jetzt einen 100-ml-Meßkolben zur Aufnahme der Flüssigkeit. Die am Ionenaustauscher fixierten Säuren werden mit 0,5molarer Natriumsulfatlösung bis zur Marke des Meßkolbens eluiert. Man kann hierfür die folgende bequeme Vorrichtung benutzen: eine Flasche mit 0,5molarer Natriumsulfatlösung, die am unteren Teil ein Rohr besitzt, ist mit diesem an der Austauschersäule durch ein Gummirohr (mit einem Niveauregler, einem zugespitzten Rohr und einem Gummistopfen) verbunden. Man öffnet etwas den Quetschhahn, um den Durchlauf der Natriumsulfatlösung bis zu einer Höhe von etwa 10 cm im Austauscherrohr zu ermöglichen; somit ist die Verbindung zwischen den beiden Geräten hergestellt. Beim Öffnen des Hahnes fließt die Natriumsulfatlösung mit der gleichen Geschwindigkeit durch, wie sich das Rohr füllt. Man stellt den Durchlauf auf eine Geschwindigkeit von 2 bis 3 Tropfen in der Sekunde und überläßt die Vorrichtung sich selbst, bis die Marke des Meßkolbens erreicht ist.

Bestimmung der Weinsäure

In 2 Erlenmeyerkolben a und b von je 100 ml Fassungsvermögen pipettiert man 20 ml des Eluates.

Der Kolben a dient zur Messung; im Kolben b, in dem die Weinsäure durch Perjodsäure zerstört wird, befindet sich die Kontrollösung. In den Kolben a pipettiert man 2 ml 2 n Schwefelsäure, 5 ml 0,1 n Schwefelsäure und 1 ml 10 % iges Glycerin.

In den Kolben b pipettiert man 2 ml 2 n Schwefelsäure und 5 ml 0,05 m Perjodsäurelösung; nach 15 Minuten gibt man 1 ml 10 % iges Glycerin zur Zerstörung der überschüssigen Perjodsäure zu und wartet 2 Minuten.

Unter Umschwenken pipettiert man zunächst in den Kolben b, dann sofort in den Kolben a 5 ml Vanadinreagens. Man läßt eine Stoppuhr laufen und füllt die Inhalte der Kolben a und b in 10 mm Küvetten. Nach 90 Sekunden mißt man die optische Dichte der Flüssigkeit aus dem Kolben a (Messung) bei 490 nm, nachdem man das Gerät mit der die Kontroll-Lösung (b) enthaltenen Küvette auf 100 % Durchlässigkeit eingestellt hat.

Aufstellung der Eichkurve

Man pipettiert 10, 20, 30, 40 und 50 ml der Weinsäurelösung 1 g/l, deren Bereitung Seite 49 beschrieben ist.

Man erhält so Lösungen, die Weineluaten mit 1, 2, 3, 4 und 5 g Weinsäure im Liter entsprechen.

In 2 Erlenmeyerkolben a und b von jeweils 100 ml Fassungsvermögen pipettiert man je 20 ml dieser Weinsäure-Eichlösungen und verfährt wie oben angegeben.

Die graphische Darstellung der optischen Dichte dieser Lösungen, gegen den Weinsäuregehalt aufgetragen, ergeben eine Gerade, die zum Nullpunkt leicht gekrümmt ist. Es ist daher zweckmäßig, diesen Teil der Kurve genauer zu bestimmen, indem man auch aus Lösungen mit 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 und 1,0 g Weinsäure im Liter die Extinkturen ermittelt.

12. CITRONENSÄURE

EINZIGE METHODE

12.1. PRINZIP

Die Citronensäure wird in wäßrig-alkoholisch-alkalischer Lösung als Bariumsalz gefällt. Nach Entfärbung der wäßrigen Lösung des Barytniederschlags mit Aktivkohle oxydiert man mit Blei(IV)acetat. In Gegenwart von diazotierter Sulfanilsäure entsteht eine gelbe Verbindung; die Farbintensität wird bei 420 nm gemessen.

12.2. REAGENZIEN ⁽¹⁾

Ammoniak, konzentriert $d_4^{20} = 0,910$

20 % ige Bariumchloridlösung (g/v): 20 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ z.A. werden mit destilliertem Wasser zu 100 ml gelöst.

Waschlösung: 140 ml destilliertes Wasser werden mit 300 ml 96 % igem Äthanol gemischt.

7,1 % ige Natriumsulfatlösung (g/v):

71 g Na_2SO_4 wasserfrei z.A. werden mit destilliertem Wasser zu 1 Liter gelöst.

Aktivkohle.

27 % ige Natriumacetatlösung (g/v):

270 g CH_3COONa , wasserfrei z.A., werden mit destilliertem Wasser zu 1 Liter gelöst.

2 % ige Natriumnitritlösung (g/v): 2 g NaNO_2 krist. z.A. werden mit destilliertem Wasser zu 100 ml gelöst. Die Lösung ist in brauner Flasche unbeschränkt haltbar.

Sulfanilsäurelösung: 1,5 g Sulfanilsäure werden in 50 ml Eisessig gelöst und mit Wasser zu 250 ml ergänzt. Sodann schüttelt man häufig und läßt über Nacht stehen. Die Lösung ist in brauner Flasche unbeschränkt haltbar.

Gesättigte Blei(IV)acetatlösung: Etwa 50 g $(\text{CH}_3\text{COO})_4\text{-Pb}$ (Eisessigfeucht) werden in einer braunen Flasche mit etwa 250 ml Eisessig übergossen. Man läßt den ungelösten Teil des Blei(IV)acetats absetzen. Die überstehende klare Flüssigkeit wird abgegossen. Die Lösung ist in brauner Flasche unbeschränkt haltbar.

1 % ige Blei(IV)acetatlösung: 5 ml der gesättigten Blei(IV)acetatlösung werden in einem 250-ml-Erlenmeyerkolben in einem Guß mit 50 ml einer 10 % igen Kaliumjodidlösung versetzt und anschließend sofort unter Zusatz von Stärkelösung mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung titriert. Verbrauchte Milli-

liter = $n \frac{2,25 \times 1\,000}{n}$ der gesättigten Blei(IV)acetatlösung werden mit Eisessig zu 1 Liter aufgefüllt.

Die Lösung ist in brauner Flasche unbeschränkt haltbar.

12.3. DURCHFÜHRUNG DER BESTIMMUNG

Isolierung der Citronensäure

5 ml Most oder Wein werden in einem 40- bis 50-ml-Zentrifugenglas mit 1 ml Ammoniaklösung (konzentriert) und 1 ml 20 % iger Bariumchloridlösung versetzt und mit einem Glasstab gemischt. Nach etwa 2 Minuten werden 15 ml 96 % iges Äthanol zugesetzt, mit dem Glasstab gemischt, 5 Minuten der Ruhe überlassen und anschließend zentrifugiert (etwa 3 bis 4 Minuten). Die über dem Niederschlag befindliche Flüssigkeit wird abgegossen und der Niederschlag wie folgt ausgewaschen: 2 ml Waschflüssigkeit werden mit einer 2-ml-Pipette an den obersten Teil der Innenwandung des Zentrifugenglases unter Drehung desselben geblasen. Anschließend wird der Niederschlag mit einem nahtlosen Gummiwischer sorgfältig mit der Waschflüssigkeit gemischt. Mit 2 mal je 2 ml Waschflüssigkeit werden etwa anhaftende Teile des Niederschlags von dem Gummiwischer abgespült, indem man die Waschflüssigkeit in hartem Strahl auf den Gummiwischer bläst. Nach erneutem Zentrifugieren wird die Waschflüssigkeit abgegossen und der Waschvorgang in der oben beschriebenen Weise nochmals wiederholt.

Der gewaschene Niederschlag wird noch feucht mit etwa 10 ml 7,1 % iger Natriumsulfatlösung übergossen, sodann wird das Zentrifugenglas 10 Minuten lang unter öfterem Umrühren des Niederschlags mit dem Glasstab in einem siedenden Wasserbad belassen.

⁽¹⁾ Die verwendeten Reagenzien müssen sehr rein sein. Es dürfen beim Blindwert weder Fällungen noch Färbungen auftreten.

Noch heiß wird der gesamte Inhalt des Zentrifugenglases quantitativ in ein 50-ml-Meßkölbchen überspült. Nach dem Abkühlen wird mit 7,1 % iger Natriumsulfatlösung zur Marke aufgefüllt, gemischt und in ein Erlenmeyerkölbchen gespült, in dem sich 0,2 g Aktivkohle befindet. Nach 5 Minuten wird durch ein hartes Filter filtriert. Die so erhaltene Lösung enthält die Citronensäure des Weines oder Mostes in zehnfacher Verdünnung.

Bestimmung der Citronensäure

Je 2 ml des Filtrats werden in zwei mit a und b bezeichnete 50-ml-Erlenmeyerkölbchen gegeben, die zuvor mit 10 ml einer 27 % igen Natriumacetatlösung beschickt worden sind. Sodann wird die Diazolösung vorbereitet, indem man unter Schütteln 5 ml Sulfanilsäurelösung zu 1 ml Natriumnitritlösung gibt. Unter Umschwenken gibt man in Kölbchen a 2 ml Diazolösung und anschließend 5 ml Eisessig, zu Kölbchen b 2 ml Diazolösung und 5 ml Blei(IV)acetatlösung. Unmittelbar nach Zugabe der Blei(IV)acetatlösung wird ein Kurzzeitwecker auf 13 Minuten gestellt. Nach Ablauf von 5 Minuten filtriert man den Inhalt der Kölbchen a und b durch ein schnellaufendes Faltenfilter. Kurz vor Ablauf der 13 Minuten werden die Filtrate in 30-mm-Küvetten gefüllt und nach Ablauf der 13 Minuten sofort die Extinktion der Flüssigkeit des Kölbchens b gegen die Extinktion der Flüssigkeit des Kölbchens a als Blindwert bei 420 nm gemessen.

Liegt der Citronensäuregehalt der zu untersuchenden Flüssigkeit oberhalb des Meßbereichs, so wird mit 7,1 % iger Natriumsulfatlösung eine entsprechende Verdünnung hergestellt.

Die Eichkurve wird so erstellt, daß der Gehalt des Weines an Citronensäure ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) in 1 Liter abgelesen werden kann.

Aufstellung der Eichkurve

273,4 mg reinste, kristallisierte Citronensäure, $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (= 250 mg $C_6H_8O_7$), werden in einem 100-ml-Meßkölbchen in 7,1 % iger Natriumsulfatlösung gelöst und mit der gleichen Lösung zur Marke aufgefüllt. 10 ml dieser Lösung werden mit 7,1 % iger Natriumsulfatlösung in einem 100-ml-Meßkölbchen zur Marke aufgefüllt. Von dieser Lösung werden mit 7,1 % iger Natriumsulfatlösung folgende Verdünnungen hergestellt:

5 ml auf 200 ml,
5 ml auf 100 ml
5 ml auf 50 ml,
10 ml auf 50 ml,
20 ml auf 50 ml.

Diese Lösungen entsprechen Citronensäuregehalten von 0,0625 — 0,125 — 0,250 — 0,500 und 1,00 Gramm kristallisierte Citronensäure ($C_6H_8O_7$) in 1 Liter. Je 2 ml dieser Verdünnungen werden in mit a und b bezeichnete Erlenmeyerkölbchen gegeben und wie oben beschrieben der Messung unterworfen.

Die erhaltenen Extinktionswerte, gegen die zugehörigen Citronensäurewerte aufgetragen, ergeben eine gegen den Nullpunkt hin leicht gekrümmte Kurve.

13. SCHWEFLIGE SÄURE

13.1. DEFINITIONEN

Freie schweflige Säure ist das Anhydrid der schwefligen Säure, das als SO_2 und in mineralischer Bindung als H_2SO_3 , HSO_3 und SO_3 vorliegt.

Gebundene schweflige Säure ist die Differenz zwischen der gesamten schwefligen Säure und der freien schwefligen Säure.

13.2. PRINZIP DER METHODEN

a) Referenzmethode:

Die schweflige Säure wird durch einen Luft- oder Stickstoffstrom in eine Vorlage übergetrieben, die eine verdünnte, neutralisierte Wasserstoffperoxidlösung enthält. Die schweflige Säure wird oxydiert und die gebildete Schwefelsäure mit Natronlauge titriert.

Wird der Gasstrom in der Kälte (10°C) durchgeleitet, wird nur die freie schweflige Säure in Vorlage destilliert. In der Hitze (bei etwa 100°C) wird die gesamte schweflige Säure erfaßt.

b) Gebräuchliche Methode:

aa) *Freie schweflige Säure*: Direkte jodometrische Titration mit Korrekturtitration des Weines, dessen freie schweflige Säure mit Äthanal oder Propanal gebunden wurde.

bb) *Gebundene schweflige Säure*: Jodometrische Titration nach doppelter alkalischer Hydrolyse des Weines; die freie schweflige Säure wurde bereits durch jodometrische Titration ermittelt.

Angabe der Ergebnisse

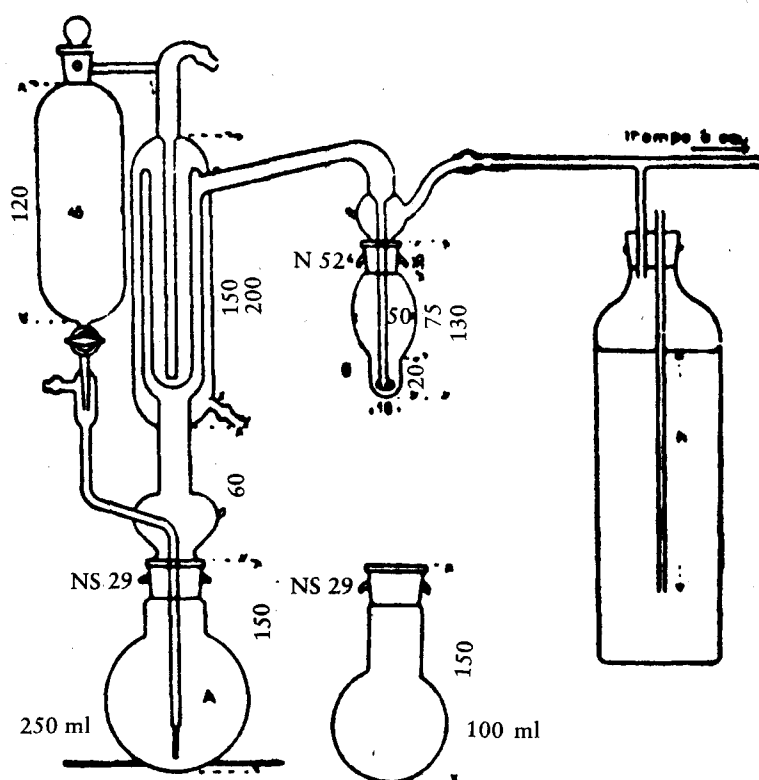
Die Menge an schwefliger Säure wird in Milligramm schwefliger Säure in 1 Liter auf 10 Milligramm genau angegeben.

13.3. REFERENZMETHODE

FREIE UND GEBUNDENE SCHWEFLIGE SÄURE

Apparatur

Die verwendete Apparatur muß, insbesondere den Kühler betreffend, dem unten abgebildeten Muster entsprechen.



Die Abmessungen sind in mm angegeben.

Die lichte Weite der vier konzentrisch angebrachten Kühlrohre, aus denen der Kühler besteht, sind: 45, 34, 27 und 10 mm.

Das Gaseinleitungsrohr der Vorlage B endet in einer kleinen Kugel von 1 cm Durchmesser, die 20 kreisförmig (horizontal) angeordnete Löcher von 0,2 mm Durchmesser aufweist. Durch die Löcher sollen sich viele Gasblasen bilden, die eine intensive Berührung der Gasphase und der flüssigen Phase gewährleisten.

Durch die Apparatur sollen etwa 40 l/Stunde Gas strömen. Die Druckreglerflasche auf der rechten Seite der Apparatur dient dazu, den durch die Wasserstrahlpumpe bewirkten Unterdruck auf 20 bis 30 cm Wassersäule zu begrenzen. Um den Unterdruck genau einstellen zu können ist es zweckmäßig, zwischen dem Absorptionsgefäß und der Druckreglerflasche einen Strömungsmesser mit halbkapilarem Rohr zwischenschalten.

Lösungen

- 25 % ige Phosphorsäure (g/v),
- 0,3 % ige Wasserstoffperoxidlösung,
- Indikatorlösung:
 - Methylrot 100 mg,
 - Methylblau 50 mg,
 - Alkohol (50 %) 100 ml,
- 0,01 n Natronlauge.

Durchführung der Bestimmung

Vor der Bestimmung der freien und gebundenen schwefligen Säure muß der Wein bei 20 °C in einer gefüllten und gut verschlossenen Flasche 4 Tage lang gelagert werden. Wenn nur die gesamte schweflige Säure bestimmt werden soll, erübrigt sich diese Vorsichtsmaßnahme.

Bestimmung der freien schwefligen Säure

In den 100-ml-Kolben A gibt man 10 ml Wein und 5 ml 25 % ige Phosphorsäure und schließt den Kolben an die Apparatur an. Enthält der Wein nur geringe Mengen an schwefliger Säure, verwendet man einen 250-ml-Kolben und geht von 20 oder 50 ml Wein aus.

Der Kolben A taucht in ein Kältebad von 10 °C.

In das Absorptionsgefäß B werden 2 bis 3 ml 0,3 % ige Wasserstoffperoxidlösung und 2 Tropfen Indikatorlösung gegeben und das Wasserstoffperoxid mit 0,01 n Natronlauge neutralisiert.

Das Absorptionsgefäß wird nun an die Apparatur angeschlossen.

Nunmehr wird 12 bis 15 Minuten ein Luft- oder Stickstoffstrom durch die Apparatur geleitet. Dabei wird die freie schweflige Säure übergeleitet und zur Schwefelsäure oxydiert. Nach dieser Zeit wird das Absorptionsgefäß von der Apparatur genommen und die gebildete Schwefelsäure mit 0,01 n Natronlauge titriert.

n = verbrauchte Milliliter 0,01 n Natronlauge.

Bestimmung der gebundenen schwefligen Säure

Wenn die Bestimmung der freien schwefligen Säure beendet ist, gibt man in den Kolben B erneut 2 bis 3 ml Wasserstoffperoxidlösung, die, wie oben beschrieben, neutralisiert wird, und bringt den in Kolben A befindlichen Wein durch Erwärmung mit einer kleinen Flamme von 4 bis 5 cm Höhe, welche direkt unter den Kolben gestellt wird, zum Sieden. Der Kolben soll nicht auf ein Drahtnetz, sondern auf eine Scheibe mit einem Loch von 30 mm Durchmesser gesetzt werden. Dadurch vermeidet man die Verkohlung der Extraktstoffe des Weines an der Kolbenwand.

Während des Luft(oder Stickstoff-)durchstroms durch die Apparatur muß der Wein am Sieden gehalten werden. Nach 12 bis 15 Minuten ist die gebundene schweflige Säure übergeleitet und zur Schwefelsäure oxydiert. Die gebildete Schwefelsäure wird mit 0,01 n Natronlauge titriert.

n' = verbrauchte Milliliter 0,01 n Natronlauge.

Bestimmung der gesamten schwefligen Säure

Die gesamte schweflige Säure ergibt sich aus der Summe der freien und der gebundenen schwefligen Säure.

Die gesamte schweflige Säure kann auch direkt bestimmt werden, indem man 10 ml der Probelösung sofort unter Durchleiten eines Luftstroms erhitzt.

Die freie und die gebundene schweflige Säure werden gleichzeitig übergeleitet und, der gesamten schwefligen Säure entsprechend, zur Schwefelsäure oxydiert.

n'' = verbrauchte Milliliter 0,01 n Natronlauge.

Berechnung

Freie schweflige Säure in mg in 1 Liter: 32 n.

Gebundene schweflige Säure in mg in 1 Liter: 32 n'.

Gesamte schweflige Säure in mg in 1 Liter: 32 (n + n') oder 32 n''.

Anmerkung:

Enthält der Wein mehr als 2 g/l Essigsäure (was besonders bei Essig der Fall ist), wird diese eventuell durch den Gasstrom mitgerissen und dann auch mitbestimmt. Das geschieht besonders, wenn der Gasstrom zu stark ist. In diesem Fall fügt man nach der acidimetrischen Bestimmung des Kolbeninhalts der Vorlage einen Kristall Weinsäure zu und saugt mit einer Wasserstrahlpumpe Luft durch die Apparatur. Man bestimmt sodann die flüchtige Säure und zieht den ermittelten Wert von der acidimetrischen Bestimmung der schwefligen Säure ab.

13.4. GEBRÄUHLICHE METHODE**FREIE UND GEBUNDENE SCHWEFLIGE SÄURE UND GESAMTE SCHWEFLIGE SÄURE****Lösungen**

- a) n-Natronlauge (160 g/l),
- b) verdünnte Schwefelsäure (1/10) (180 g/l),
- c) Stärkelösung: 2,5 g/l. In einem Mörser werden 2,5 g lösliche Stärke und 10 mg Quecksilberjodid mit etwas Wasser zu einer breiigen Masse verrieben, diese in 1 Liter kochendes Wasser eingerührt und die Lösung 10 Minuten im Sieden erhalten. Die Lösung muß klar sein, erforderlichenfalls ist sie zu filtrieren.
- d) 0,05 n Jodlösung,
- e) 0,01 n Natriumthiosulfatlösung.

Durchführung der Bestimmung

In einen 500-ml-Erlenmeyerkolben gibt man:

- 50 ml Wein,
- 3 ml verdünnte Schwefelsäure,
- 5 ml Stärkelösung und
- 30 mg Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure (z.B. Complexon III).

Man titriert mit 0,05 n Jodlösung, bis die anfangs vergängliche *Blaufärbung* 10 bis 15 Sekunden bestehen bleibt ⁽¹⁾.

n = verbrauchte Milliliter Jodlösung.

Man fügt nunmehr 8 ml 4 n Natronlauge zu, schwenkt den Kolben um und wartet 5 Minuten. Danach fügt man unter kräftigem Schütteln 10 ml verdünnte Schwefelsäure in einem Guß zu und titriert sofort mit 0,05 n Jodlösung.

n' = verbrauchte Milliliter Jodlösung ⁽¹⁾.

Anschließend fügt man 20 ml 4 n Natronlauge hinzu, schüttelt einmal um und läßt 5 Minuten stehen. Dann verdünnt man mit 200 ml möglichst kaltem Wasser.

Unter kräftigem Schütteln fügt man in einem Guß 30 ml verdünnte Schwefelsäure hinzu und titriert die freigesetzte schweflige Säure mit 0,05 n Jodlösung.

n'' = verbrauchte Menge Jodlösung ⁽¹⁾.

Da einige Stoffe durch Jod in saurer Lösung oxydiert werden, muß zum Zweck einer genaueren Bestimmung die so verbrauchte Menge Jodlösung ermittelt werden. Hierfür bindet man die schweflige Säure vor der jodometrischen Bestimmung durch Äthanal oder Propanal, indem man 50 ml Wein in einem 300-ml-Erlenmeyerkolben mit 5 ml Äthanallösung (7 g/l) oder 5 ml Propanallösung (10 g/l) versetzt.

Der Kolben wird verschlossen und nach wenigstens 30 Minuten wird die Lösung nach Zufügen von 3 ml verdünnter Schwefelsäure mit 0,05 n Jodlösung und Stärkelösung als Indikator bis zum Farbumschlag titriert.

n''' = verbrauchte Menge Jodlösung ⁽²⁾.

⁽¹⁾ Hat man den genauen Farbumschlag übertitriert, muß man durch Zugabe von 0,01 n Natriumthiosulfatlösung genau rücktitrieren.

⁽²⁾ Im allgemeinen ist n''' eine geringe Menge (0,2 bis 0,3 ml 0,05 n Jodlösung). Wurde dem Wein jedoch Ascorbinsäure zugesetzt, ist der Wert größer und ermöglicht eine zumindest annähernde Bestimmung der zugesetzten Menge. Wenn man weiß, daß 1 ml 0,05 n Jodlösung 4,4 mg Ascorbinsäure oxydiert, kann man durch die Ermittlung von n''' ohne weiteres einen Ascorbinsäurezusatz feststellen, wenn dieser mehr als 20 mg/l betragen hat und noch keine Oxydationsprodukte der Ascorbinsäure entstanden sind.

Berechnung

Freie schweflige Säure = $n - n'''$

Der Wein enthält: $32(n - n''')$ mg freie SO_2/l .

Gebundene schweflige Säure = $n' + n''$

Der Wein enthält: $32(n' + n'')$ mg gebundene SO_2/l .

Gesamte schweflige Säure = $n + n' + n'' - n'''$

Der Wein enthält: $32(n + n' + n'' - n''')$ mg gesamt SO_2/l .

Anmerkung:

1. Bei Rotweinen, die wenig schweflige Säure enthalten, empfiehlt es sich, mit einer stärker verdünnten Jodlösung, z.B. 0,02 n zu arbeiten. Bei der Berechnung wird dann der Faktor 32 durch 12,8 ersetzt.
2. Bei der Titration von Rotweinen ist es zweckmäßig, den Wein von unten mit gelbem Licht anzustrahlen, indem man entweder mit einer üblichen Glühbirne und einem Kaliumchromatfilter oder mit einer Natriumdampflampe arbeitet. In einem verdunkelten Raum kann man dann beobachten, wie der ursprünglich transparente Wein beim Farbumschlag der Stärkelösung lichtundurchlässig wird.
3. Wird nach dieser Methode ein Gehalt an schwefliger Säure gefunden, der die Grenze der gesetzlich zugelassenen Menge erreicht oder überschreitet, empfiehlt es sich, die Bestimmung nach der Referenzmethode zu wiederholen und zusätzlich den Sulfatgehalt zu bestimmen.
4. Soll die freie schweflige Säure genau bestimmt werden, verwendet man dafür eine Probe, die zuvor 4 Tage unter Luftabschluß bei 20°C gelagert wurde, und führt die Bestimmung bei der selben Temperatur durch.

14. pH-WERT DES WEINES UND DES MOSTES

14.2. PRINZIP DER METHODE

Die Potentialdifferenz zwischen 2 Elektroden, die in die zu untersuchende Flüssigkeit tauchen, wird gemessen. Eine der Elektroden besitzt ein Potential, welches eine bestimmte Funktion des pH-Wertes dieser Lösung darstellt, die andere Elektrode ist die Referenzelektrode mit einem festen und bekannten Potential.

Der pH-Wert wird mit einer Genauigkeit von $\pm 0,05$ pH-Einheiten bestimmt.

14.3. EINZIGE METHODE

Geräte und Reagenzien

— *Geeichtes pH-Meter und Elektroden*: Die Glaselektroden werden in destilliertem Wasser, die Kalomel-Kaliumchlorid(gesättigt)-Elektroden in gesättigter Kaliumchloridlösung aufbewahrt.

— *0,1molare Kaliumhydrogenphthalatlösung*: 20,42 g in 1 Liter

— *0,1molare Salzsäure*

— *Pufferlösungen*: gesättigte Lösung von Kaliumhydrogentartrat z.A. Die Lösung enthält mindestens 5,7 g im Liter bei 20 °C. Diese mit Thymol (0,1 g/200 ml) konservierte Lösung ist bis zu 2 Monaten haltbar.

pH	{	3,57 bei 20 °C
		3,56 bei 25 °C
		3,55 bei 30 °C

— *0,05molare Kaliumhydrogenphthalatlösung*: Die Lösung enthält genau 10,211 g Kaliumhydrogenphthalat z.A., wasserfrei in 1 Liter bei 20 °C (Haltbarkeit: max. 2 Monate).

pH	{	3,998 bei 10 °C
		3,999 bei 15 °C
		4,003 bei 20 °C
		4,008 bei 25 °C
		4,015 bei 30 °C

Lösung enthaltend:

Kaliumdihydrogenphosphat, rein (KH_2PO_4)	3,402 g
di-Kaliumhydrogenphosphat, rein (K_2HPO_4)	4,354 g ⁽¹⁾
Wasser (H_2O)	zu 1 Liter

(Haltbarkeit: max. 2 Monate)

pH	{	6,90 bei 15 °C
		6,88 bei 20 °C
		6,86 bei 25 °C
		6,85 bei 30 °C

Durchführung der Bestimmung

1. *Einstellung des Nullpunktes*:

Vor jeder Messung ist der Nullpunkt des Gerätes, entsprechend den für das Gerät angegebenen Vorschriften, einzustellen.

2. *Eichung des pH-Meters*:

Man taucht die Elektrode in eine Pufferlösung von pH = 3,57 bei 20 °C und bringt mittels eines Regelknopfes den Skalenzeiger auf diesen Wert. Die Pufferlösung wird verworfen und die Elektrode mit destilliertem Wasser sorgfältig abgespült.

Sodann taucht man die Elektrode in eine Pufferlösung von pH = 4,00 bei 20 °C; der Zeiger muß diesen Wert 4 auf der pH-Wert-Skala anzeigen. Man spült die Elektroden wiederum sorgfältig ab.

3. *Messung*:

Man taucht die Elektrode bei einer Temperatur zwischen 20 und 25 °C, wobei die Temperatur möglichst nahe bei 20 °C liegen soll, in den Wein oder Most. Den pH-Wert liest man direkt auf der Skala ab.

Es müssen mindestens 2 Bestimmungen mit dem gleichen Wein durchgeführt werden.

Das Ergebnis ist das arithmetische Mittel beider Bestimmungen, die nicht mehr als 0,1 voneinander abweichen dürfen.

⁽¹⁾ Oder 3,55 g di-Natriumhydrogenphosphat (Na_2HPO_4), zwei Stunden bei 110 bis 130 °C getrocknet.

15. SORBINSÄURE

15.1. PRINZIP DER METHODEN

Die mit Wasserdampf flüchtige Sorbinsäure (Flüchtigkeitskonstante 0,59) wird im Destillat entweder durch Messung der Absorption im UV oder durch Messung der rotgefärbten Verbindung, die nach Oxydation zum Malondialdehyd durch Kondensation mit Thiobarbitursäure entsteht, bestimmt. Gehalte unter 20 mg/l sind durch dünnschichtchromatographischen Nachweis zu bestätigen (Empfindlichkeit: 5 mg/l).

Herstellung des Destillats

Die Herstellung des Destillats erfolgt in der bei der Bestimmung der flüchtigen Säure angegebenen Weise, 20 ml Wein, dem 1 bis 2 g Weinsäure zugesetzt worden sind, werden der Destillation unterworfen, bis 320 bis 330 ml Destillat gewonnen sind. Das Destillat enthält dann die gesamte Menge an Sorbinsäure ⁽¹⁾.

15.2. MESSUNG DER ABSORPTION IM UV

Reagenzien

- Kalkwasser etwa 0,04 n,
- Kupfersulfatlösung (50 mg/l): 50 mg Kupfersulfat, reinst ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) werden mit 0,1 ml Schwefelsäure, reinst (H_2SO_4) versetzt und mit destilliertem Wasser zu 1 000 ml gelöst,
- Sorbinsäurelösung (20 mg/l): 20 mg Sorbinsäure werden in einem 1-Liter-Meßkolben in 900 ml heißem Wasser gelöst und nach dem Erkalten zur Marke aufgefüllt. Man kann auch 26,8 mg Kaliumsorbat in kaltem Wasser lösen und zu 1 Liter ergänzen.

Durchführung der Bestimmung

5 ml Destillat werden nach Zusatz von 1 ml Kalkmilch (etwa 0,04 n) und einem Tropfen Kupfersulfatlösung in einer Schale (Durchmesser 55 mm) auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft.

Der Rückstand wird mit destilliertem Wasser aufgenommen und in einem Meßkölbchen auf 20 ml aufgefüllt. Die Messung der Absorption erfolgt bei 256 nm gegen einen Blindwert, dem 1 ml Kalkwasser und 1 Tropfen Kupfersulfatlösung zugesetzt worden ist.

Der Wert wird einer Eichgeraden entnommen, die mit Lösungen von 0,5, 1, 2,5 und 5 mg Sorbinsäure in 1 Liter aufgestellt wird. Die Messungen erfolgen gegen Wasser als Blindwert. Die Eichlösungen werden durch Verdünnen der Sorbinsäure-Stammlösung (20 mg/l) hergestellt.

Berechnung

e mg/l Sorbinsäure in der Meßlösung der Küvette, V = Menge des Destillats (etwa 330 ml); 20 ml Wein als Ausgangsmenge.

Dann sind in 1 Liter Wein enthalten: $0,2 \cdot e \cdot V$ mg Sorbinsäure.

(Wurden genau 330 ml Destillat gewonnen, lautet die Berechnung: 66 e mg/l Sorbinsäure.)

Bei Vorliegen eines Sorbinsäuregehalts von 20 mg/l oder weniger wird die Sorbinsäure zunächst dünnschichtchromatographisch nachgewiesen. Beim Vorhandensein von Sorbinsäure wird die Bestimmung erneut unter folgenden Bedingungen wiederholt:

50 ml Destillat werden in einer Schale mit 3 ml Kalkwasser (etwa 0,04 n) und 5 Tropfen Kupfersulfatlösung versetzt und auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit destilliertem Wasser aufgenommen und in einem Meßkölbchen auf 20 ml aufgefüllt. Nach dem Schütteln wird die Bestimmung wie oben angegeben durchgeführt.

⁽¹⁾ Um die gesamte flüchtige Säure überzudestillieren, sind 250 ml Destillat ausreichend; zum quantitativen Übertreiben der Sorbinsäure sind 320 bis 330 ml Destillat erforderlich. Die Bestimmung der Sorbinsäure hinsichtlich der Korrektur der Bestimmung der flüchtigen Säure (siehe IV, 11a, C) erlaubt 96 bis 97% der Sorbinsäure zu erfassen, sofern das überdestillierte Volumen 250 ml beträgt.

Berechnung

e mg/l Sorbinsäure in der Meßlösung der Küvette (gegenüber dem Destillat 2,5fach konzentriert).

V = Menge des Destillats (etwa 330 ml); 20 ml Wein als Ausgangsmenge.

Dann sind in 1 Liter Wein enthalten: $0,02 \cdot e \cdot V$ mg Sorbinsäure.

15.3. KOLORIMETRISCHE BESTIMMUNG**Reagenzien**

- Kalkwasser, etwa 0,04 n,
1 n Schwetelsäure,
- 0,1 n Kaliumdichromatlösung,
- 0,2% ige 2-Thiobarbitursäurelösung (g/v): 200 mg 2-Thiobarbitursäure werden in 60—80 °C warmem destilliertem Wasser gelöst und mit destilliertem Wasser auf 100 ml verdünnt. Ist die Lösung nicht völlig klar, wird filtriert. Die Lösung ist unmittelbar vor dem Gebrauch herzustellen.
- Sorbinsäurelösung 20 mg/l: Die Lösung der Sorbinsäure erfolgt wie oben angegeben.

Durchführung der Bestimmung

5 ml des Destillats werden in einer Schale mit 1 ml klarem Kalkwasser versetzt und 1 Tropfen der Kupfersulfatlösung hinzugefügt. Auf dem siedenden Wasserbad wird zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit destilliertem Wasser aufgenommen, in einem Meßkölbchen auf 10 ml aufgefüllt und gemischt.

In ein Reagenzglas werden nacheinander gegeben:

- 1 ml des auf die Hälfte verdünnten Destillats,
- 1 ml destilliertes Wasser,
- 1 ml n Schwefelsäure und
- 0,2 ml 0,1 n Kaliumdichromatlösung.

Das Reagenzglas wird genau 5 Minuten im siedenden Wasserbad erhitzt, sodann schnell in Eiswasser gekühlt und 2 ml Thiobarbitursäurelösung zugefügt. Die Mischung wird wiederum 10 Minuten im siedenden Wasserbad erhitzt und anschließend in Eiswasser gekühlt. 10 Minuten nach Entnahme aus dem Wasserbad wird die entstandene Rosafärbung gemessen.

Die Erhitzungsdauer und die Abkühlung in Eiswasser müssen genau eingehalten werden, um eine reproduzierbare Färbung zu gewährleisten. Auch die Raumtemperatur beeinflusst, besonders im Sommer, die Farbentwicklung, da eine weitere Intensivierung der Färbung nicht verhindert werden kann.

Die Messung der entstandenen Färbung erfolgt bei 532 nm gegen einen Blindwert, der mit 2 ml destilliertem Wasser und den übrigen Reagenzien hergestellt wurde.

Der Wert wird einer Eichgeraden entnommen, die mit Lösungen von 0,5, 1, 2,5 und 5 mg Sorbinsäure in 1 Liter aufgestellt wurde. Die Eichlösungen werden durch Verdünnen der Sorbinsäure-Stammlösung (20 mg/l) hergestellt. 1 ml jeder dieser Eichlösungen wird wie das auf die Hälfte verdünnte Destillat behandelt.

Berechnung

e mg/l Sorbinsäure in der Meßlösung in der Küvette. V = Menge des Destillats (etwa 330 ml); 20 ml Wein als Ausgangsmenge.

Dann sind in 1 Liter Wein enthalten: $0,1 \cdot e \cdot V$ mg Sorbinsäure.

(Wurden genau 330 ml Destillat gewonnen, lautet die Berechnung: $33 \cdot e \cdot$ mg/l Sorbinsäure.)

Bei Vorliegen eines Sorbinsäuregehalts von 20 mg/l oder weniger wird die Sorbinsäure zunächst dünn-
schichtchromatographisch nachgewiesen.

Beim Vorhandensein von Sorbinsäure wird die Bestimmung erneut unter folgenden Bedingungen
wiederholt:

50 ml Destillat werden in einer Schale mit 3 ml Kalkwasser (etwa 0,04 n) versetzt und auf dem Wasser-
bad zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit destilliertem Wasser aufgenommen und in
einem Meßkölbchen auf 20 ml aufgefüllt. Nach dem Mischen werden in ein Reagenzglas nacheinander
gegeben:

1 ml des nunmehr 2,5fach konzentrierten Destillats,

1 ml destilliertes Wasser,

1 ml n-Schwefelsäure,

0,2 ml 0,1 n Kaliumdichromatlösung.

Man verfährt wie oben beschrieben.

Berechnung

e mg/l Sorbinsäure in der Meßlösung der Küvette 2,5fach konzentriert.

V = Menge des Destillats (etwa 330 ml); 20 ml Wein als Ausgangsmenge.

Dann sind in 1 Liter Wein enthalten: $0,02 \cdot e \cdot V$ mg Sorbinsäure.

16. ASCORBINSÄURE

16.1. PRINZIP DER METHODEN

a) Bestimmung der Gesamtascorbinsäure

Die Ascorbinsäure wird mit Jod zur Dehydroascorbinsäure oxydiert und diese mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin zum rotgefärbten bis-2,4-Dinitrophenylhydrazon der Diketogulonsäure umgesetzt, dessen Farbintensität nach dünnschichtchromatographischer Trennung bei 500 nm im Spektralphotometer gemessen wird.

b) Bestimmung der aktiven Ascorbinsäure (Schnellmethode)

Die aktive, noch reduzierende Ascorbinsäure kann annähernd direkt im Wein jodometrisch bestimmt werden, nachdem die freie schweflige Säure durch Äthanal oder Propional gebunden worden ist.

16.2. BESTIMMUNG DER GESAMTASCORBINSÄURE

Reagenzien

— 30% ige meta-Phosphorsäurelösung (g/v): Man zerreibt einige Stücke Metaphosphorsäure in einem Mörser (aus Porzellan) und wägt davon 30 Gramm ab. Durch schnelles Übergießen mit destilliertem Wasser und kurzes Schütteln wird gewaschen, das Waschwasser wird verworfen. Die gewaschene meta-Phosphorsäure wird unter Schütteln in destilliertem Wasser gelöst und auf 100 ml ergänzt.

Die Lösung ist im Kühlschrank etwa 1 Woche haltbar. 3% ige meta-Phosphorsäurelösung: Die Lösung wird unmittelbar vor dem Bedarf aus der 30% igen meta-Phosphorsäurelösung hergestellt.

— 1% ige meta-Phosphorsäurelösung: Die Lösung wird unmittelbar vor dem Bedarf aus der 30% igen meta-Phosphorsäurelösung hergestellt.

— Polyamidsuspension: 10 g Polyamidpulver für Chromatographie werden in 60 ml destilliertem Wasser 2 Stunden quellen gelassen (diese Menge ist für 4 Bestimmungen ausreichend).

— Thioharnstoff.

— 0,1 n Jodlösung

6% ige 2,4-Dinitrophenylhydrazinlösung in Essigsäure-Schwefelsäuregemisch (g/v): Das 2,4-Dinitrophenylhydrazin wird zunächst in dem Eisessig suspendiert und danach durch Zugabe des gleichen Volumens Schwefelsäure ($d_{20/4} = 1,84$) in Lösung gebracht.

— Essigsäureäthylester: Zur Herstellung der Lösung wird der Essigsäureäthylester mit 2% Essigsäure (Eisessig) versetzt.

— Chloroform.

— Kieselgel G für Dünnschichtchromatographie.

— Lösliche Stärke (0,5% ige Lösung).

— Fließmittel:

Essigsäureäthylester	50 Teile (v)
Chloroform	60 Teile
Eisessig	5 Teile

Das Fließmittel wird 12 Stunden vor Gebrauch hergestellt.

— L(+)-Ascorbinsäure.

Geräte

Plattenstreichgerät.

Glasplatten 20 × 20 cm.

Herstellung der Platten für die Dünnschichtchromatographie: 30 g Kieselgel werden in 70 ml einer 0,5% igen wäßrigen Lösung von löslicher Stärke suspendiert und in einer Schichtdicke von 0,3 mm auf 5 Platten (20 × 20 cm) aufgetragen. Nachdem die Platten an der Luft etwa 15 Minuten getrocknet sind, erfolgt die Aktivierung 90 Minuten im Trockenschrank bei 105 °C.

Durchführung der Bestimmung

Oxydation zur Dehydroascorbinsäure. In ein 100-ml-Meßkölbchen werden 50 ml der zu untersuchenden Flüssigkeit mit 15 ml Polyamidsuspension versetzt und mit 3% iger meta-Phosphorsäurelösung zur Marke aufgefüllt. Man läßt 60 Minuten unter häufigem Umschütteln stehen und filtriert sodann durch ein Faltenfilter. 20 ml des Filtrats werden in ein 50-ml-Zentrifugenglas mit Schliffstopfen pipettiert. Man fügt 1 ml 0,1 n Jodlösung hinzu, mischt durch und beseitigt nach 1 Minute den Jodüberschuß durch Zugabe von etwa 25 mg Thioharnstoff.

Bildung und Extraktion des bis-(2,4-Dinitrophenylhydrazons) der Diketogulonsäure

Das Glas wird in ein Wasserbad von 5 bis 10 °C gestellt und 4 ml Dinitrophenylhydrazinlösung hinzugefügt. Nach gründlichem Durchmischen, wobei der Schliff nicht benetzt werden darf, bleibt das Glas gut verschlossen etwa 16 Stunden (über Nacht) bei 20 °C (Thermostat) stehen. Danach pipettiert man 15 ml des mit 2% Eisessig versetzten Essigsäureäthylesters in das Zentrifugenglas, verschließt mit dem Schliffstopfen, schüttelt 30 Sekunden kräftig und zentrifugiert zur Trennung der Schichten 5 Minuten bei 1 000 bis 1 200 U/min. Von der Essigsäureäthylesterphase werden 10 ml in ein mit Schliffstopfen verschließbares Reagenzglas pipettiert.

Zur Reaktionslösung im Zentrifugenglas fügt man 5 ml des mit 2% Eisessig versetzten Essigsäureäthylesters, schüttelt wiederum 30 Sekunden kräftig und zentrifugiert 5 Minuten bei 1 000 bis 1 200 U/min. 5 ml der Essigsäureäthylesterphase werden abpipettiert, zu den 10 ml des im Reagenzglas befindlichen ersten Extraktes gegeben und gemischt.

Isolierung des bis-(2,4-Dinitrophenylhydrazons) durch Chromatographie

0,2 ml des Essigsäureäthylesterextraktes werden über die ganze Startlinie einer Kiesel-G-Platte aufgetragen (Abstand vom unteren und seitlichen Rand: 2 cm). Man chromatographiert in kammergesättigter Atmosphäre — auf dem Boden der Chromatographiekammer befindet sich eine 1 cm hohe Schicht des Fließmittels — bis zum oberen Plattenrand. Die chromatographische Trennung ist innerhalb von 2 Stunden nach der Extraktion auszuführen. Die Platten werden aus der Kammer herausgenommen und 60 Minuten unter dem Abzug getrocknet. Die durch ihre rote Färbung auffallende Zone des bis-2,4-Dinitrophenylhydrazons der Diketogulonsäure wird mit Hilfe eines plangeschliffenen Spatels (die Platte wird zweckmäßig hierzu senkrecht auf ein glattes Papier gestellt) quantitativ in ein Wägegläschen gebracht, mit 4 ml Eisessig versetzt, verschlossen und unter häufigem Durchmischen 30 Minuten stehen gelassen. Die Suspension wird durch ein kleines Faltenfilter unmittelbar in eine 10-mm-Küvette filtriert, wobei die ersten 25 bis 30 Tropfen in das Wägegläschen zurückgegossen und von dort wieder auf das Filter zurückgebracht werden.

Das blanke Filtrat wird gegen Eisessig als Blindwert im Spektralphotometer bei 500 nm gemessen.

Aufstellung der Eichkurve

100 ml 1(+)-Ascorbinsäure werden in 1% iger meta-Phosphorsäure in einem 100-ml-Meßkölbchen gelöst. Von dieser Lösung gibt man 5, 10, 15 und 20 ml in je ein 100-ml-Meßkölbchen und füllt mit 1% iger meta-Phosphorsäure zur Marke auf. Man erhält so Lösungen, die jeweils 50, 100, 150 und 200 Milligramm Ascorbinsäure in 1 Liter enthalten. Mit je 50 ml dieser Verdünnungen wird, wie oben beschrieben, die Reaktion durchgeführt.

Die Ascorbinsäurewerte gegen die zugehörigen Extinktionswerte aufgetragen, liegen auf einer Geraden, die durch den Nullpunkt geht.

16.3. SCHNELLMETHODE

Bestimmung der aktiven Ascorbinsäure

Lösungen

— Acetaldehydlösung (6,9 g/l): Die Lösung wird durch Destillation von Met- oder Paraldehyd in Anwesenheit von Schwefelsäure erhalten. Die Titration erfolgt nach der Natriumsulfitmethode. Man stellt die Lösung auf 6,9 g/l ein.

1 ml dieser Lösung bindet 10 mg SO₂.

— Schwefelsäure 1:10 (v/v) = 180 g/l.

— Stärkelösung 5 g/l: Als Konservierungsmittel enthält diese Lösung 200 g Natriumchlorid in 1 Liter. Zur Herstellung wird die Lösung 10 Minuten im Sieden gehalten.

— 0,05 n Jodlösung.

Durchführung der Bestimmung

In einen 300-ml-Erlenmeyerkolben werden 50 ml Wein gegeben und 5 ml Acetaldehydlösung zugefügt (es kann auch eine Lösung von 10 g Propionaldehyd in 1 Liter verwendet werden). Man verschließt das Gefäß und überläßt es mindestens 30 Minuten der Ruhe. Sodann fügt man 3 ml Schwefelsäure (1 : 10) und eine ausreichende Menge 0,05 n Jodlösung bis zum Farbumschlag der Stärkelösung hinzu.

Berechnung

n = verbrauchte Milliliter Jodlösung.

1 ml 0,05 n Jodlösung oxydiert 4,4 mg Ascorbinsäure. Der Wein enthält etwa 88 n Milligramm Ascorbinsäure in 1 Liter.

Anmerkung:

1. Im Wein sind noch andere Substanzen enthalten, die in saurer Lösung durch Jod oxydiert werden. Das Volumen der durch diese Stoffe verbrauchten 0,05 n Jodlösung beträgt im allgemeinen nur 0,2 bis 0,3 ml.

Die Methode erlaubt somit in Weinen Ascorbinsäure nachzuweisen, die in Mengen von mehr als 20 mg/l zugesetzt worden ist und noch nicht in Oxydationsprodukte umgewandelt wurde.

2. Bei Rotweinen ist es vorteilhaft, den Titrationsendpunkt mit Hilfe von gelbem Licht festzustellen, das mit Hilfe einer gewöhnlichen elektrischen Lampe und einer Kaliumchromatlösung als Filter oder einer Natriumdampflampe erhalten werden kann. Man titriert im verdunkelten Zimmer. Der Endpunkt der Titration ist erreicht, wenn die Titrationslösung im durchscheinenden gelben Licht opal wird.

17. NATRIUM

PRINZIP DER EINZIGEN METHODE

Natrium wird wie Kalium flammenphotometrisch bestimmt. Unter Verwendung eines Gasbrenners wird die Strahlungsintensität bei 589,0 und 589,6 nm in dem auf $\frac{1}{10}$ oder stärker verdünnten Wein gemessen.

Apparat

Da es sich um eine Vergleichsmethode handelt, haben die Empfindlichkeit des Photometers und die Flammentemperatur keinen wesentlichen Einfluß; durch die Anwendung einer Butan-Luft-Flamme werden die Störungen durch andere Kationen bei der Bestimmung der Alkalimetalle vermieden. Das Photometer wird mit verschiedenen Verdünnungen einer Vergleichslösung, die 20 mg/l (0,869 mval) Natrium enthält, geeicht. Diese Vergleichslösung enthält zusätzlich verschiedene Anionen, Kationen und organische Substanzen in Mengen, die in etwa in einem mit Wasser auf $\frac{1}{10}$ verdünnten Wein enthalten sind.

Lösungen

<i>Vergleichslösung</i>		<i>Verdünnungslösung</i>	
Alkohol absolut	10 ml	Alkohol absolut	10 ml
Citronensäure	700 mg	Citronensäure	700 mg
Zucker	300 mg	Zucker	300 mg
Glycerin	1 000 mg	Glycerin	1 000 mg
Kaliumhydrogentartrat	481,3 mg	Kaliumhydrogentartrat	481,3 mg
Calciumchlorid, wasserfrei	10 mg	Calciumchlorid, wasserfrei	10 mg
Magnesiumchlorid, wasserfrei	10 mg	Magnesiumchlorid, wasserfrei	10 mg
Natriumchlorid, wasserfrei	50,84 mg	Wasser zu 1 Liter	
Wasser zu 1 Liter			

Zur Herstellung der Vergleichslösung löst man 481,3 mg Kaliumhydrogentartrat in 500 ml sehr heißem Wasser, mischt mit den anderen Substanzen, die vorher in 400 ml Wasser gelöst wurden, und füllt zu 1 Liter auf. Durch Zusatz von 2 Tropfen Allylthiocyanat werden die Lösungen konserviert.

Bei Süßweinen und Mosten fügt man eine Zuckermenge hinzu, die in etwa in der auf $\frac{1}{10}$ verdünnten Probe enthalten sind.

Handelt es sich um Weine mit einem Zusatz von 1 g Salicylsäure in 1 Liter, werden pro Liter Vergleichs- oder Verdünnungslösung je 86,4 mg Salicylsäure zugesetzt, da diese Substanz die Messung stark beeinflusst.

Durchführung der Bestimmung

Man eicht das Photometer mit der Vergleichslösung und verschiedenen Verdünnungen dieser Vergleichslösung im Verhältnis $\frac{1}{20}$, $\frac{1}{10}$, $\frac{1}{5}$ und $\frac{1}{2}$. Die Messung erfolgt mit dem mit Wasser auf $\frac{1}{10}$ verdünnten Wein. Falls erforderlich, wird der Wein stärker verdünnt; der Galvanometerausgang darf den Wert von 100 nicht überschreiten.

18. EISEN

18.1. PRINZIP DER METHODEN

- a) **Referenzmethode:** Kolorimetrische Bestimmung des Gesamt-Eisens mit o-Phenanthrolin nach Veraschung mit Perhydrol.
- b) **Erste gebräuchliche Methode:** Photometrisches Verfahren.
- c) **Zweite gebräuchliche Methode:** Atomabsorptionsspektralphotometrisches Verfahren.

18.2. REFERENZMETHODE

1. VERASCHUNG

Reagenzien

- Perhydrol 30 % H_2O_2 z.A. eisenfrei,
- n-Salzsäure, eisenfrei,
- Ammoniaklösung, mind. 25 % (0,92) z.A.,
- Bimssteinkörnchen mit halbkonzentrierter Salzsäure behandelt und mit destilliertem Wasser gewaschen.

Durchführung der Bestimmung

Entsprechend dem Zuckergehalt des Weines gibt es 2 Varianten:

a) *trockene Weine und Weine bis zu 50 g/l Zucker*

In einen 100-ml-Kjeldahlkolben gibt man einige Bimssteinkörnchen, 20 ml Wein und 10 ml Perhydrol. Die Flüssigkeit wird in einem Sandbad auf 2 bis 3 ml eingeeengt. Nach dem Abkühlen gibt man zum Rückstand aus einer Bürette tropfenweise 3 bis 4 ml Ammoniaklösung, ohne dabei die Kolbenwand zu benetzen. Zur Fällung der Metallhydroxide ist es notwendig, die Lösung bis zum Auftreten von Ammoniakgeruch zu alkalisieren. Um die Intensität der Reaktion zwischen Ammoniak und Perhydrol unter Kontrolle zu haben, wird entweder mit kaltem Wasser gekühlt oder auf einem Wasserbad erwärmt.

Nach dem Erkalten wird die alkalische Flüssigkeit mit soviel n-Salzsäure versetzt, bis sich der Hydroxidniederschlag gelöst hat. Die Lösung wird dann in ein 100-ml-Meßkölbchen überführt. Nach dem Waschen des Kjeldahlkolbens mit n-Salzsäure wird bis zur Marke mit n-Salzsäure aufgefüllt.

b) *Zuckerreiche Weine (50 bis 200 g/l)*

Die Oxydation der zuckerreichen Weine weicht etwas von der oben beschriebenen Verfahrensweise ab. 20 ml des zu untersuchenden Weines werden mit 20 ml Perhydrol behandelt. Lösungen, die mehr als 200 g/l Zucker enthalten, müssen vorher auf die Hälfte oder ein Viertel verdünnt werden.

2. KOLORIMETRISCHE BESTIMMUNG

Reagenzien

- 2,5 % ige Hydrochinonlösung in angesäuertem Wasser (10 ml Schwefelsäure, rein/1 Liter Lösung). Diese Lösung ist in brauner Flasche im Kühlschrank aufzubewahren; die Lösung darf keine Braunfärbung zeigen; beim Auftreten der geringsten Färbung ist die Lösung zu verwerfen.
- 20 % ige Natriumsulfitlösung, herzustellen aus wasserfreiem, reinstem Na_2SO_3 ,
- 20 % ige Ammoniumacetatlösung,
- o-Phenanthrolinlösung: 0,5 % ige Lösung in 96 % igem Äthanol,
- Eisen(III)Vergleichslösung (1 g/l Eisen): 8,6341 g Ammoniumeisen(III)sulfat werden in einem 1-Liter-Meßkolben mit etwa 100 ml n-Salzsäure gelöst. Da die Lösung nicht sofort erfolgt, ist es erforderlich, von Zeit zu Zeit zu schütteln. Die klare Lösung wird mit n-Salzsäure zur Marke aufgefüllt. Der Titer der Lösung muß geprüft werden.

Reduktion des Eisen-III und Bildung des Farbkomplexes

Aus der salzsauren Aschelösung (100 ml) werden 2×20 ml in zwei 50-ml-Schliffkölbchen pipettiert. Zu jeder Probe werden 2 ml Hydrochinonlösung, 2 ml Natriumsulfitlösung und 1 ml o-Phenanthrolinlösung pipettiert; Reaktionszeit 15 Minuten, pH liegt bei 1 bis 2. Danach fügt man 10 ml Ammoniumacetatlösung zu; es entsteht sofort die Farbe des Eisen-II-o-Phenanthrolins. Man füllt mit destilliertem Wasser zur Marke auf und mißt die entstandene Färbung.

Kolorimetrische Messung und Berechnung der Ergebnisse

Man mißt die Färbung bei 508 nm. Sofern kein Spektralphotometer zur Verfügung steht, kann ein Wratten-Filter Nr. 75 (Blaugrün) verwendet werden. Die Eichkurve wird mit Eisenkonzentrationen zwischen 0 bis 200 $\mu\text{g}/50$ ml aufgestellt. Im allgemeinen ist eine 10 mm Küvetten-schichtdecke ausreichend. Bei der Verwendung von Küvetten verschiedener Schichtdecken vermeidet man jedoch Verdünnungen und erhöht so die Genauigkeit der Messung.

Unter diesen Bedingungen wird für jede Küvetten-Schichtdecke eine Eichkurve erstellt; diese gestatten die direkte Ablesung der Farbintensität und somit die Ablesung des Eisengehalts in Mikrogramm/50 ml. Diese Menge enthält 20 ml der Aschenlösung, die aus einer Probe von 20 ml gewonnen wurde.

$n = \text{Mikrogramm Eisen}/50 \text{ ml} = 20 \text{ ml Aschenlösung} = 4 \text{ ml Wein.}$
 $0,25 \times n = \text{mg Eisen/Liter Wein.}$

Anwendungsbereich und Genauigkeit der Methode

Die beschriebene Verfahrensweise erlaubt die Bestimmung von 1,25 bis 75 mg/Eisen/l (Ausgangsmenge: 20 ml Wein). Durch Erhöhung der Ausgangsmenge ist es möglich, die untere Grenze bis auf 0,5 mg/l zu unterschreiten.

Die Genauigkeit der Messungen liegt bei Eisengehalten zwischen 1,25 bis 5 mg/Eisen/l Wein 10%; bei höheren Gehalten liegt sie unter 5%.

18.3. ERSTE GEBRÄUCHLICHE METHODE**Prinzip**

Das durch Hydroxylaminhydrochlorid reduzierte Eisen reagiert mit dem dem Wein zugesetzten o-Phenanthrolin. Die entstehende Färbung wird bei 508 nm gemessen. Die Menge an Eisen wird einer Eichkurve entnommen.

Bei tief dunkelroten Weinen geht man von der Asche aus.

Lösungen

Lösung 1: Salzsäure konz. (d = 1,19)	170 ml
Hydroxylaminhydrochlorid	10 g
Wasser	zu 1 000 ml
Lösung 2: o-Phenanthrolin	1 g
Wasser	zu 100 ml
Lösung 3: Ammoniumacetat	180 g
Wasser	zu 1 000 ml

Anmerkung:

Spuren von Eisen im Wasser oder in den Reagenzien haben auf die Genauigkeit der Ergebnisse keinen Einfluß.

Im Gegensatz zur Hydrochinonlösung ist eine Hydroxylaminhydrochloridlösung mehrere Monate unverändert haltbar.

Durchführung der Bestimmung

In zwei 50-ml-Meßkölbchen werden 10 ml Wein und 10 ml Lösung 1 gegeben; in eines der beiden Meßkölbchen fügt man noch 1 ml Lösung 2. Nach 10 Minuten gibt man in jedes Kölbchen 10 ml Lösung 3. Während der Blindwert sich nicht verändert oder nur eine schwache Graufärbung annimmt, färbt sich die Lösung im Meßkölbchen, dem Lösung 2 zugefügt wurde, sofort rotorange. Man füllt zur Marke auf und bestimmt die entstandene Färbung der Flüssigkeit des ersten Kölbchens gegen den Blindwert 508 nm. Die Menge Eisen in Milligramm in 1 Liter Wein wird einer Eichkurve entnommen, die wie folgt hergestellt worden ist:

Aufstellung der Eichkurve

1 g Eisendraht wird unter den nötigen Vorsichtsmaßnahmen (Vermeiden von Verlusten durch Spritzen) in der Wärme in 250 ml 20% iger Schwefelsäure gelöst. Nach dem Abkühlen füllt man die Lösung zu 1 Liter auf = Stammlösung.

Diese Stammlösung kann auch mit Mohrschem Salz bekannter Zusammensetzung hergestellt werden. Für Mohrsches Salz (100% ig rein) gilt folgende Beziehung: 1 g Eisen = 7,018 g Mohrsches Salz (an der Luft gewogen).

20 ml der Stammlösung werden zu 1 Liter aufgefüllt. 1 ml dieser Verdünnung enthält 0,02 mg Eisen. Die Eichkurve wird mit Gehalten an Eisen von 0,4 bis 4 mg/l hergestellt. Zu diesem Zweck gibt man in 50-ml-Meßkölbchen je 1 bis 10 ml der Verdünnung und je 10 ml Lösung 1 und 1 ml Lösung 2. Nach 10 Minuten wird die photometrische Bestimmung in der oben beschriebenen Weise durchgeführt, nachdem 10 ml Lösung 3 zugefügt wurden und mit Wasser zur Marke aufgefüllt worden ist. Die Messung erfolgt gegen einen Blindwert, der durch Mischen von 10 ml Lösung 1, 10 ml Lösung 3 in einem 50-ml-Meßkölbchen und Auffüllen mit Wasser zur Marke hergestellt worden ist (der Blindwert enthält nicht Lösung 2).

Die erhaltenen Werte werden auf Millimeterpapier im Verhältnis zum Eisengehalt in Milligramm in 1 Liter aufgetragen. Die Eichkurve ist eine Gerade.

Korrektur der Eichkurve

Es kann vorkommen, daß trotz korrekter Arbeitsweise die ermittelten Werte nicht auf einer Geraden liegen. Der Grund hierfür liegt im allgemeinen an der nicht ausreichenden Empfindlichkeit des verwendeten Photometers. Um in einem solchen Fall nicht weitere Messungen durchführen zu müssen, verwendet man die bereits erhaltenen Werte zur Berechnung der kleinsten Quadrate der wahrscheinlichen Werte der Konstanten A und k, nach der Gleichung: $Y = \log y = A - kx$, wobei $y =$ Transmission in % und $x =$ Gehalt an Eisen (mg/l) darstellen. Danach berechnet man die Werte Y_1 und Y_2 , die den willkürlich gewählten Werten x_1 und x_2 entsprechen.

Beispiel: $x_1 = 0$ und $x_2 = 10$.

Die Eichkurve wird aufgestellt, indem man auf dem Millimeterpapier die durch die Koordinatenpunkte (x_1, Y_1) und (x_2, Y_2) gehende Gerade zieht.

Die Gerade geht nur dann durch den Nullpunkt, wenn die verwendeten Reagenzien eisenfrei sind (bei Abwesenheit von o-Phenanthrolin wird die Farbmessung aber praktisch nicht beeinflusst).

Sonderfälle

Weine mit hohem Eisengehalt. Es ist vorteilhaft, aber nicht unbedingt notwendig, Küvetten verschiedener Schichtdicke zu verwenden, wobei dann jeweils entsprechende Eichkurven aufzustellen sind. Man muß aber die Tatsache in Betracht ziehen, daß das Lambert-Beersche Gesetz nur für Werte zwischen 20 und 200 μg (in 50 ml) gilt. Ist die Farbtiefe zu stark, wiederholt man die Bestimmung mit einer größeren Verdünnung (die günstigsten Transmissionswerte einer Bestimmung liegen zwischen 30 und 70 %, das entspricht etwa Extinktionen zwischen 0,15 bis 0,55). Der Inhalt der beiden Kölbchen kann auch mit einer Lösung verdünnt werden, z.B. 1:2 oder 1:5), die durch sofortige Mischung folgender Lösungen bereitet wird:

Lösung 1	1 Teil,
Lösung 3	1 Teil,
Wasser	3 Teile.

Stark dunkelrote Weine. Bei farbkraftigen Weinen kann die Methode unempfindlicher werden, obwohl theoretisch die Genauigkeit erhalten bleibt. Die Lichtintensität, die vom Eisen(II)phenanthrolin absorbiert wird, stellt nur einen kleinen Teil der Gesamtabsorption dar, so daß die Ergebnisse unzuverlässiger werden. In diesem Fall ist es zweckmäßiger, die Untersuchung mit einer geringeren Menge Wein oder aus den Weinaschen zu führen. Die unter den unten beschriebenen Bedingungen durchgeführten Untersuchungen dürften keine Verluste über 5 % bedingen.

Bestimmung des Eisens aus den Weinaschen

In einer Platinschale mit flachem Boden und dünner Wand (Durchmesser 8 cm) werden 10 ml Wein gegeben, auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft und im Trockenschrank bei 110 bis 120 °C getrocknet. Um das Schmelzen der Aschen zu vermeiden, verascht man über sehr kleiner Flamme. Falls erforderlich feuchtet man die Asche mit Wasser an, trocknet und verascht nochmals. Nach dem Abkühlen löst man die Asche nach leichtem Anfeuchten in 10 ml Lösung 1 auf und stellt die Schale für einige Minuten auf ein Wasserbad. Nach 3 bis 5 Minuten überführt man die Lösung in ein 50-ml-Meßkölbchen, spült die Schale 3 mal mit 2 bis 3 Milliliter Wasser aus und fügt das Waschwasser der Lösung bei. Nach dem Abkühlen gibt man 1 ml Lösung 2 zu, während in ein zweites 50-ml-Meßkölbchen lediglich 10 ml Lösung 1 gefüllt werden. Nach 15 Minuten pipettiert man in beide Kölbchen 10 ml Lösung 3, füllt mit Wasser zur Marke auf und führt die Bestimmung, wie oben beschrieben, durch.

18.4. ZWEITE GEBRÄUCHLICHE METHODE

1. Prinzip

Atomabsorptionsspektralphotometrisches Verfahren.

2. Reagenzien

- 2.1. Eisenmetall, z.B. gepulvert, reinst,
- 2.2. Salpetersäure mindestens 65 % (d = etwa 1,40) z.A.,
- 2.3. verdünnte Salpetersäure (1 + 1),
- 2.4. bidestilliertes Wasser.

3. Geräte und Hilfsmittel

- 3.1. Vollpipetten,
- 3.2. Mikropipetten,
- 3.3. Meßkolben,
- 3.4. Atomabsorptionsspektralphotometer,
- 3.5. Hohlkathodenlampe für Eisen,
- 3.6. Betriebsgase: Luft, Acetylen und/oder Stickstoffmonoxid.

4. Durchführung

4.1. Herstellung der Probelösung

20,0 ml der zu untersuchenden Probe werden in einem 100-ml-Meßkölbchen mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt.

Die Absorption dieser verdünnten Lösung wird bei einer Wellenlänge von 248,3 nm abgelesen.

Aus der nach 4.2 aufgestellten Eichkurve wird die Eisenkonzentration errechnet.

4.2. Aufstellung der Eichkurve

1,000 g Eisenmetall werden genau gewogen und in einen 1-Liter-Meßkolben mit der zur Lösung erforderlichen Menge verdünnter Salpetersäure übergossen; man fügt sodann 10 ml Salpetersäure mindestens 65 % zu und füllt mit bidestilliertem Wasser zur Marke auf. Diese Lösung enthält 1 000 mg/l Eisen (Lösung A).

10,0 ml der Lösung A werden in einem 100-ml-Meßkölbchen mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Diese Lösung enthält 100 mg/l Eisen (Lösung B).

Mit einer Mikropipette werden 1, 2 bzw. 5 ml der Lösung B jeweils in 100-ml-Meßkölbchen pipettiert und mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Diese Lösungen enthalten 1, 2 bzw. 5 mg/l Eisen.

Die Absorptionswerte dieser Lösungen werden, wie unter 4.1 beschrieben, abgelesen und aus den erhaltenen Werten die Eichkurve erstellt.

5. Angabe des Ergebnisses

in mg Eisen/l nach der Formel: $c \times n$.

c = abgelesene Eisenkonzentration aus der Eichkurve,

n = Verdünnungsfaktor.

6. Bemerkungen

6.1. Die Lösungen zur Aufstellung der Eichkurve und die Verdünnungen der Probe sind entsprechend der Empfindlichkeit des verwendeten Gerätes oder der Konzentration des Eisens in der zu untersuchenden Probe zu wählen.

6.2. Es empfiehlt sich, für jede Bestimmungsreihe mindestens einen Punkt der Eichkurve zu kontrollieren.

19. KUPFER**1. Prinzip**

Atomabsorptionsspektralphotometrisches Verfahren.

2. Reagenzien

- 2.1. Kupfermetall, z.B. fein, gepulvert z.A.
- 2.2. Salpetersäure, mindestens 65 % (d = etwa 1,40) z.A.
- 2.3. Verdünnte Salpetersäure (1 + 1)
- 2.4. Bidestilliertes Wasser.

3. Geräte und Hilfsmittel

- 3.1. Vollpipetten
- 3.2. Mikropipetten
- 3.3. Meßkolben
- 3.4. Platinschale
- 3.5. Atomabsorptionsspektralphotometer
- 3.6. Hohlkathodenlampe für Kupfer
- 3.7. Betriebsgase: Luft, Acetylen und/oder Stickstoffmonoxid.

4. Durchführung**4.1. Herstellung der Probelösung**

20,0 ml der zu untersuchenden Probe werden in einem 100-ml-Meßkölbchen mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt.

Die Absorption dieser verdünnten Lösung wird bei einer Wellenlänge von 324,8 nm abgelesen.

Aus der nach 4.2 aufgestellten Eichkurve wird die Kupferkonzentration errechnet.

4.2. Aufstellung der Eichkurve

1,000 g Kupfermetall werden genau gewogen und in einem 1-Liter-Meßkolben mit der zur Lösung erforderlichen Menge verdünnter Salpetersäure übergossen; man fügt sodann 10 ml Salpetersäure, mindestens 65 %, zu und füllt mit bidestilliertem Wasser zur Marke auf. Diese Lösung enthält 1 000 mg/l Kupfer (Lösung A).

10,0 ml der Lösung A werden in einem 100-ml-Meßkölbchen mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Diese Lösung enthält 100 mg/l Kupfer (Lösung B).

Mit einer Mikropipette werden 0,5, 1 bzw. 2 ml der Lösung B jeweils in 100-ml-Meßkölbchen pipettiert und mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Diese Lösungen enthalten 0,5, 1 bzw. 2 mg/l Kupfer.

Die Absorptionswerte dieser Lösungen werden wie unter 4.1 beschrieben abgelesen und aus den erhaltenen Werten die Eichkurve erstellt.

5. Angabe des Ergebnisses

in mg Kupfer/l nach der Formel: $c \times n$.

c = abgelesene Kupferkonzentration aus der Eichkurve,

n = Verdünnungsfaktor der Probe.

6. Bemerkungen

6.1. Die Lösungen zur Aufstellung der Eichkurve und die Verdünnungen der Probe sind entsprechend der Empfindlichkeit des verwendeten Gerätes oder der Konzentration des Kupfers in der zu untersuchenden Probe zu wählen.

6.2. Es empfiehlt sich, für jede Bestimmungsreihe mindestens einen Punkt der Eichkurve zu kontrollieren.

- 6.3. Bei sehr niedrigen Kupferkonzentrationen in der zu untersuchenden Probe ist wie folgt zu verfahren: 100 ml der zu untersuchenden Probe werden in einer Platinschale auf dem Wasserbad bis zur sirupösen Konsistenz eingedampft, tropfenweise mit 2,5 ml konzentrierter Schwefelsäure versetzt, wobei möglichst der Boden der Schale bedeckt sein soll. Der Rückstand wird vorsichtig auf einer elektrischen Heizplatte oder auf kleiner Flamme verascht und danach die Platinschale für etwa 1 Stunde bei 500 °C (± 25 °C) in den Muffelofen gebracht. Nach dem Abkühlen wird die Asche mit 1 ml konzentrierter Salpetersäure befeuchtet, mit einem Glasstab zu einem Brei verrührt und erneut unter den oben angegebenen Bedingungen eingedampft und verascht. Die Platinschale wird dann wiederum für 15 Minuten in den Muffelofen gestellt und die Behandlung mit konzentrierter Salpetersäure mindestens 2 mal wiederholt.

Danach wird die Asche in 1 ml konzentrierter Salpetersäure und 2 ml bidestilliertem Wasser gelöst und in ein 10-ml-Meßkölbchen gebracht. Die Platinschale wird 3 mal mit je 2 ml bidestilliertem Wasser gespült, die Waschflüssigkeiten in dem 10-ml-Meßkölbchen vereinigt und mit bidestilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt.

20. SILBER

1. Prinzip

Atomabsorptionsspektralphotometrisches Verfahren nach Veraschung.

2. Reagenzien

- 2.1. Silbernitrat AgNO_3 z.A.
- 2.2. Salpetersäure, mindestens 65% (d = etwa 1,40) z.A.
- 2.3. Verdünnte Salpetersäure (1 + 9)
- 2.4. Bidestilliertes Wasser.

3. Geräte und Hilfsmittel

- 3.1. Platinschalen
- 3.2. Meßkolben
- 3.3. Vollpipetten
- 3.4. Atomabsorptionsspektralphotometer
- 3.5. Hohlkathodenlampe für Silber
- 3.6. Betriebsgase: Luft, Acetylen

4. Durchführung

4.1. Herstellung der Probelösung

20,0 ml der zu untersuchenden Probe werden in einer Platinschale auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft und im Muffelofen bei 500 bis 525 °C verascht. Die weiße Asche wird in 1 ml konzentrierter Salpetersäure aufgenommen und auf dem Wasserbad zur Trockne gebracht; dieser Vorgang wird nochmals wiederholt. Sodann wird die Asche mit 5 ml verdünnter Salpetersäure unter leichtem Erwärmen gelöst.

Die Absorption dieser Lösung wird bei einer Wellenlänge von 328,1 nm abgelesen.

Aus der nach 4.2 aufgestellten Eichkurve wird die Silberkonzentration errechnet.

4.2. Aufstellung der Eichkurve

1,5750 g Silbernitrat werden in einem 1-Liter-Meßkolben mit verdünnter Salpetersäure gelöst und zur Marke aufgefüllt (Lösung A).

10,0 ml der Lösung A werden in einem 1-Liter-Meßkolben mit verdünnter Salpetersäure zur Marke aufgefüllt (Lösung B).

2, 4, 6, 8, 10 und 20 ml der Lösung B werden jeweils in 100-ml-Meßkölbchen mit verdünnter Salpetersäure zur Marke aufgefüllt.

Diese Lösungen enthalten 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0 und 2,0 mg Silber in 1 Liter.

Die Absorptionswerte dieser Lösungen werden wie unter 4.1 beschrieben abgelesen und aus den erhaltenen Werten die Eichkurve erstellt.

5. Angabe des Ergebnisses

in mg Silber/l nach der Formel: $c : 4$.

c = abgelesene Silberkonzentration aus der Eichkurve.

6. Bemerkungen

Die Lösungen zur Aufstellung der Eichkurve, die entnommene Probenmenge und das Endvolumen der Flüssigkeit sind entsprechend der Empfindlichkeit des verwendeten Gerätes zu wählen.

21. CYANVERBINDUNGEN

21.1. PRINZIP DER METHODEN

a) Schnellmethode

Nachweis der Abwesenheit von schwebenden oder abgesetzten Teilchen von Eisen(III)cyanoferrat (II) (Berliner Blau). Nachweis der Abwesenheit von gebildetem Eisen(III)cyanoferrat (II) im angesäuerten Wein. Nachweis von Eisen, das durch Zugabe eines Gemisches von Kaliumcyanoferrat (II) und (III) aus dem angesäuerten Wein abgeschieden wird.

b) Gebräuchliche Methoden

Argentometrische Bestimmung der gesamten Blausäure, die durch Säurehydrolyse in Freiheit gesetzt und durch Destillation abgetrennt wird. Argentometrische Bestimmung der freien Blausäure, die unter vermindertem Druck abdestilliert oder durch einen Luftstrom bei Zimmertemperatur abgetrennt wird. Diese Cyanverbindungen werden in Milligramm Blausäure in 1 Liter auf 0,1 mg genau bestimmt. Spuren von freier und durch Destillation aus saurer Lösung freigesetzte Cyanverbindungen werden mit Pyridin-Phenylpyrazolon kolorimetrisch bestimmt.

21.2. SCHNELLMETHODE

Überprüfung der mit gelbem Blutlaugensalz behandelten Weine

1. Nachweis von Spuren Eisen(III)cyanoferrat(II)teilchen in Suspension: Man schüttelt die Probe und gibt 20 ml Wein in ein spitz zulaufendes 30-ml-Zentrifugenglas. Man zentrifugiert 15 Minuten bei 3 500 U/min. Der Bodensatz muß völlig farblos sein. Statt Zentrifugieren kann auch Filtrieren durch ein eisenfreies Filter (Durchmesser 5 cm) erfolgen.
2. Nachweis von löslichen Cyanoferrat(II)ionen: In ein spitz zulaufendes 30-ml-Zentrifugenglas gibt man 20 ml klaren Wein, 1 ml verdünnte Salzsäure (1 : 1) und 1 Tropfen einer 15 % igen Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung. Man schüttelt um und läßt das Gemisch 24 Stunden stehen. Danach zentrifugiert man 15 Minuten bei 3 500 U/min. Das Zentrifugat muß völlig frei von blauen Eisen(III)-cyanoferrat(II)teilchen sein.
3. Nachweis von Eisenionen im Wein: 20 ml Wein werden in einem Zentrifugenglas mit 1 ml eisenfreie Salzsäure ⁽¹⁾ (1 : 1), 1 Tropfen einer 10 % igen Kaliumcyanoferrat(II)lösung und 1 Tropfen einer 10 % igen Kaliumcyanoferrat(III)lösung, die frisch hergestellt wurden, versetzt. Innerhalb von 30 Minuten muß eine Blaufärbung oder ein blauer Niederschlag auftreten. Filtriert man die Lösung durch ein glattes Filter (Durchmesser 5 cm) und wäscht 2 mal mit Wasser nach, so muß auf dem Filter ein blauer Niederschlag verbleiben.

21.3. GEBRÄUCHLICHE METHODEN

I. ARGENTOMETRISCHE BESTIMMUNG DER GESAMTEN BLAUSÄURE

Apparatur

Ein 300-ml-Rundkolben mit Hals und Normschliff wird auf einer 200×200-mm-Eisenplatte, die in der Mitte eine kreisförmige Öffnung von 50 mm Durchmesser aufweist, so angebracht, daß er an den oberen Teil eines Westkühlers ⁽²⁾ von 350 mm Mantellänge angeschlossen werden kann. Das untere Ende des senkrecht angeordneten Kühlers trägt ein ausgezogenes Verlängerungsrohr, das bis zum Boden des 50-ml-Auffangkölbchens für das Destillat reicht. Das Kölbchen taucht bis zum Hals im Eiswasser ein.

⁽¹⁾ Eisenfreie Salzsäure 1 : 1 wird hergestellt, indem die handelsübliche Salzsäure mit der gleichen Menge Wasser verdünnt und destilliert wird.

⁽²⁾ Der Kühler besteht aus einem Zylinder aus dünnem Glas und einem Glasmantel, dessen innerer Durchmesser nur um 1 mm größer ist als der Außendurchmesser des Kühlzylinders; dadurch entsteht eine starke Zirkulation des Kühlwassers.

Lösungen

- Verdünnte Schwefelsäure: Man mischt 200 ml Schwefelsäure mit Wasser zu 1 Liter.
- Phenolrotlösung: 0,05 g Phenolrot werden in 1,4 ml 0,1 n Natronlauge gelöst und zu 1 Liter ergänzt.
- Kaliumjodidlösung: 250 g Kaliumjodid werden mit Wasser zu 1 Liter gelöst.
- 0,001 n Silbernitratlösung: 10 ml 0,1 n Silbernitratlösung werden unter Zusatz von 0,5 ml konzentrierter Salpetersäure zu 1 Liter aufgefüllt.
- Eisenfreie n-Natronlauge.

Durchführung der Bestimmung

100 ml des filtrierten Weines oder des nicht filtrierten Weines, sofern man auch die in einem eventuellen Niederschlag enthaltene Blausäure mitbestimmen will, werden in dem oben beschriebenen Destillierkolben mit 0,005 g Kupfer(II)chlorid und 10 ml verdünnter Schwefelsäure versetzt.

In das Auffangkölbchen gibt man 5 ml eisenfreie n-Natronlauge und destilliert, bis die Marke im Auffangkölbchen erreicht ist. Das Destillat wird in einem 400-ml-Becherglas auf dem siedenden Wasserbad ⁽¹⁾ auf etwa 5 bis 7 ml (nicht weniger als 5 ml) eingengt; die Verdampfung kann durch Überleiten eines kühlen Luftstromes beschleunigt werden.

Die abgekühlte Lösung wird durch ein kleines Filter ⁽²⁾ in ein zylindrisches Gefäß von 180 mm Länge und 20 mm Durchmesser filtriert. Das Becherglas und das Filter werden mit einigen Millilitern Wasser gewaschen.

Man stellt das Gefäß auf einen schwarzen Grund und beleuchtet es seitlich mit weißem Licht. Die Flüssigkeit muß vollkommen klar sein ⁽³⁾. Nunmehr fügt man 2 Tropfen Phenolrotlösung zu, um den Farbumschlag empfindlicher zu gestalten ⁽⁴⁾, und 1 Tropfen Kaliumjodidlösung. Man titriert mit 0,001 n Silbernitratlösung, bis eine schwache aber beständige Trübung auftritt.

Verbrauchte ml = n.

Gleichzeitig füllt man in ein gleichartiges zylindrisches Gefäß 5 ml n-Natronlauge, 2 Tropfen Phenolrotlösung, 1 Tropfen Kaliumjodidlösung und soviel reines Wasser, daß die Volumenmenge die gleiche wie im obigen Gefäß ist. Man setzt soviel 0,001 n Silbernitratlösung zu, daß man die gleiche Trübung wie in der Probe erhält.

Verbrauchte ml = n' ⁽⁵⁾.

Berechnung

1 ml 0,001 n Silbernitratlösung = 54 µg Blausäure. Folglich enthält 1 Liter Wein = 0,54 (n — n') Gesamtblausäure in Milligramm. Die Angabe erfolgt mit einer Dezimale.

Der Nachweis von Blausäureverbindungen ist nur dann positiv, wenn n — n' mehr als 0,5 ml beträgt. Wenn n — n' mehr als 20 ml beträgt, ist die Bestimmung mit 0,01 n Silbernitratlösung zu wiederholen (Faktor 5,4).

Wenn n — n' mehr als 10 ml beträgt, führt man den Nachweis und die Bestimmung nach Vorschrift 2 durch.

II. BESTIMMUNG DER FREIEN BLAUSÄURE**Apparatur**

Die Apparatur besteht aus zwei 1-Liter-Rundkolben A und B, die durch ein gerades Rohr (Durchmesser 30 mm, Länge 300 mm) miteinander verbunden sind und durch eine Schlißverbindung getrennt werden können. Kolben A ist mit einem Hahn ausgestattet und kann an eine Wasserstrahlpumpe und auch durch ein Schlauchstück mit einem Trichter verbunden werden.

Das gerade Verbindungsrohr zwischen den Kolben ruht auf einem Drehmechanismus, so daß die gesamte Apparatur mit einer regelbaren Geschwindigkeit um die Rohrachse drehbar ist.

- ⁽¹⁾ Das Wasserbad muß elektrisch beheizt sein, da bei der Verbrennung von Leuchtgas Spuren von Blausäure entstehen. Während des Arbeitsganges soll im Laboratorium nicht geraucht werden, da Tabakrauch Blausäure enthält.
- ⁽²⁾ Das Filtrieren erübrigt sich, wenn der Rückstand vollkommen klar ist. Enthält die Laboratoriumsluft Staub, muß filtriert werden.
- ⁽³⁾ Gewisse Weine wie Süßweine usw. geben ein Destillat, das trotz Filtration nicht klar ist. In diesem Fall gibt man das Destillat in einen 200-ml-Destillierkolben, verdünnt mit Wasser auf 30 ml und destilliert — noch alkalisch — und verwirft die ersten 15 ml des Destillats. Sodann unterbricht man die Destillation, kühlt den Destillierkolben, säuert mit etwa 5 ml verdünnter Schwefelsäure an, legt 5 ml n-Natronlauge vor und destilliert etwa 5 ml über. Das Destillat ist dann klar.
- ⁽⁴⁾ Dieser Zusatz ist nicht unbedingt erforderlich. Oftmals ist das Auftreten einer Trübung in einer rosafarbenen Flüssigkeit leichter zu erkennen als in einer farblosen Flüssigkeit.
- ⁽⁵⁾ n' = 0,05 oder 0,1 ml, wenn das verwendete Volumen Wasser weniger als 10 ml beträgt. Für einen empfindlichen Titrationsendpunkt ist ein möglichst kleines Volumen erforderlich. Es sollte darum möglichst jede Verdünnung während der Analyse vermieden werden.

Durchführung

In Kolben B bringt man 5 ml Natronlauge, in Kolben A 5 ml Wasser. Die beiden Kolben werden mit dem Schliffstück verbunden, evakuiert und der Inhalt beider Kolben leicht erwärmt, um etwas Wasser zu verdampfen und die letzten Luftspuren zu entfernen. Der Hahn wird geschlossen und die Verbindung zur Wasserstrahlpumpe unterbrochen. Kolben B wird in kaltes Wasser, dann in Eiswasser getaucht, in Kolben A füllt man unter Ausschluß von Luft 100 ml Wein. Kolben A taucht in eine Schale mit lauwarmem Wasser, so daß der Wein zu sieden beginnt. Durch langsames Drehen der Apparatur um die Achse wird die Destillation beschleunigt.

Sobald zwei Drittel des Kolbeninhalts von A überdestilliert sind (etwa nach 20 Minuten), wird der Kolben B in lauwarmes Wasser und Kolben A in Eiswasser getaucht. Man destilliert nunmehr umgekehrt etwa ein Drittel des Kolbeninhalts von B.

Kolben A enthält Alkohol, Aldehyde, Ester und Cyanoferrationen mit dem Rückstand des Weines.

Die argentometrische Bestimmung der Blausäure im Inhalt des Kolbens B erfolgt wie unter I angegeben.

III. BESTIMMUNG VON SPUREN GESAMTBLAUSÄURE

Apparatur

Beschreibung unter I.

Lösungen

— 1% ige wäßrige Chloramin T-Lösung.

— Pufferlösung pH 7,5:

Kaliummonophosphat	94 g,
n-Natronlauge	565 ml,
destilliertes Wasser zu	1 Liter.

— 1,5 n (0,75 m) Phosphorsäurelösung: Die Lösung wird durch Verdünnen von Phosphorsäure (d 1,71; 60° Bé) auf 1/18 (Vol) erhalten. Die Lösung wird mit n-Natronlauge auf 1,5 n mit Phenolphthalein als Indikator eingestellt.

— Bis-(1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon): 17,4 g 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon werden in 100 ml Alkohol (95% ig) gelöst und 25 g frisch destilliertes Phenylhydrazin zugefügt. Die Mischung wird 4 Stunden am Rückfluß gekocht, heiß filtriert und der Niederschlag mehrmals mit 95% igem Alkohol gewaschen. Fp 320 °C. Haben sich während des 4stündigen Kochens am Rückfluß nur wenige gelbe Kristalle gebildet, ist die Kochdauer zu verlängern. Das Präparat muß wenigstens jährlich frisch hergestellt werden.

— Reagens: In ein 100-ml-Kölbchen werden 150 mg bis-(1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon) in 50 ml 95% igem Alkohol, der über Natriumhydroxid destilliert wurde, gelöst und mit destilliertem Wasser zur Marke ergänzt. Außerdem werden 20 mg bis-(1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon) in 20 ml Pyridin gelöst. Beide Lösungen werden gemischt und in einer braunen Flasche mit schwarzer Papierumhüllung im Kühlschrank aufbewahrt.

Durchführung

In einen 300-ml-Destillierkolben werden nach und nach 50 ml Wein, 1 bis 2 mg Kupfer(II)chlorid und 5 ml verdünnte Schwefelsäure (1/5 Vol) gebracht. Man destilliert und fängt das Destillat in einem 40-ml-Kölbchen auf, in dem sich 4 ml n-Natronlauge befinden. Die Destillation wird unterbrochen, wenn 40 ml Destillat übergegangen sind.

Sodann wird das Destillat in ein 250-ml-Becherglas gegossen und das Kölbchen mit 5 ml Wasser nachgespült. Das Flüssigkeitsniveau wird am Becherglas angezeichnet, sodann engt man die Flüssigkeit auf dem siedenden Wasserbad mit Hilfe eines kräftigen Kaltluftstromes in etwa 15 Minuten auf 28 bis 30 ml ein.

Der Rückstand wird in den 300-ml-Destillierkolben zurückgebracht, das Becherglas mit 5 ml destilliertem Wasser nachgespült und der Kolben zum Abkühlen in Eiswasser gestellt. Man gibt etwas Stärke, 6 bis 7 ml n-Schwefelsäure zu und oxydiert mit 0,1 n Jodlösung die schweflige Säure bis zum Auftreten der blauen Jodstärke. Durch Zusatz einiger Tropfen 0,01 n Natriumthiosulfatlösung wird entfärbt und dann sofort die Destillation mit der unter I beschriebenen Apparatur durchgeführt. Zu Beginn wird nur langsam destilliert, später etwas schneller. Das Destillat wird in einem 40-ml-Kölbchen aufgefangen, in dem sich 4 ml n-Natronlauge befinden. Die Destillation wird

beendet, wenn sich in dem Kölbchen 28 ml Destillat befinden. Man fügt nun, jeweils unter gutem Mischen, 2 ml Pufferlösung pH 7,5 und 3 ml 1,5 n Phosphorsäure zu. Der pH-Wert wird überprüft und gegebenenfalls korrigiert. Nunmehr setzt man 0,3 ml 1% ige Chloramin-T-Lösung zu und nach 1 1/2 Minuten 6 ml Pyridin-Pyrazolon-Reagens. Nach dem Mischen wird auf 40 ml aufgefüllt.

Nach 45 Minuten wird die entstandene Färbung bei 625 nm gegen eine Eichlösung oder gegen Wasser gemessen.

Das Photometer wird mit Lösungen, die 0,1; 0,2; 0,5 ... 5 µg Blausäure in 40 ml Mischung enthalten, geeicht.

Empfindlichkeit

2 bis 300 µg in 1 Liter Wein.

Wird eine geringere Empfindlichkeit gewünscht, können 25 oder 10 ml von den 40 ml des zweiten Destillats verwendet werden. Die Probe, die in ein zweites 40-ml-Kölbchen gegeben wurde, wird dann durch Zusatz von 5 ml Pufferlösung und 1,9 ml Phosphorsäurelösung, wenn 25 ml, oder 0,75 ml Phosphorsäurelösung, wenn 10 ml verwendet wurden, auf den erforderlichen pH eingestellt. Die weitere Bestimmung erfolgt wie oben angegeben. Werden 25 ml Destillat verwendet (= 31,25 ml Wein), liegt die Empfindlichkeit zwischen 3 bis 480 µg Blausäure in 1 Liter Wein.

Bei Verwendung von 10 ml Destillat (= etwa 12,5 ml Wein) liegt die Empfindlichkeit zwischen 8 bis 1 200 µg Blausäure in 1 Liter.

Als signifikativ für Spuren von Blausäure-Verbindungen im Wein sind Werte von 300 µg/l (oder 0,3 mg/l) anzusehen.

IV. BESTIMMUNG VON SPUREN FREIER BLAUSÄURE

Apparatur

Beschreibung unter II.

Durchführung der Bestimmung

4 ml n-Natronlauge werden in Kolben B und 50 ml Wein in Kolben A gegeben. Anschließend wird die Destillation und Rückdestillation wie unter II angegeben durchgeführt.

Der Kolben B wird nach Trennung vom Kolben A 5 Minuten in Eiswasser getaucht. Sodann fügt man 6 ml n-Schwefelsäure zu und oxydiert die schweflige Säure mit Jodlösung (ist keine schweflige Säure vorhanden, entfällt der Arbeitsgang). Die Lösung wird durch Zusatz von 0,01 n Natriumthiosulfatlösung entfärbt. Die Blausäure wird dann wie unter I angegeben destilliert.

Die Bestimmung erfolgt wie unter III beschrieben.

22. KOHLENDIOXID

22.1. PRINZIP DER METHODEN

a) Referenzmethode

Nach Oxydation der schwefligen Säure durch Perhydrol und Kupferionen in der Kälte wird das Kohlendioxid aus dem Wein durch Phosphatpufferlösung und Phosphorsäure in der Kälte in einem geschlossenen System in Freiheit gesetzt und durch Einleiten von Luft in Barytlauge eingeleitet. Die nicht verbrauchte Lauge wird mit Salzsäure gegen einen Mischindikator (Thymolphthalein, Phenolphthalein) titriert.

b) Gebräuchliche Methode

Durch Ausschütteln einer bestimmten Menge Wein in einem der Ausgangsmenge entsprechend großen Gefäß wird bis zum Gleichgewicht beider Phasen aus einem großen Teil des Weines die Kohlensäure in Freiheit gesetzt. Die Messung des Druckanstiegs gestattet mit einer für die Praxis ausreichenden Genauigkeit die Berechnung der im Wein enthaltenen Kohlensäure.

22.2. REFERENZMETHODE

Apparat

Glasapparatur zur Extraktion des CO_2 in einem geschlossenen System (Abb. 1), bestehend aus 250-ml-Kolben (1) mit kugelförmigen Aufsatz und Bürette (5), 2 Waschflaschen (2) und (3).

Wasserstrahlpumpe zur Erzeugung eines Luftstromes (2 bis 10 Blasen/sec) (4) in dem System.

Reagenzien

— 0,2 n Natronlauge.

— Bariumchloridlösung: 90 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ werden zu 1 Liter gelöst.

— Bariumhydroxidlösung: Man mischt 2 Teile Bariumchloridlösung mit 1 Teil 0,2 n Natronlauge. Da die Menge der verbrauchten Lösung für eine Bestimmung 150 ml beträgt, ist es zweckmäßig, eine größere Menge (z.B. 5 Liter) herzustellen und diese luftverschlossen aufzubewahren.

— Pufferlösung:

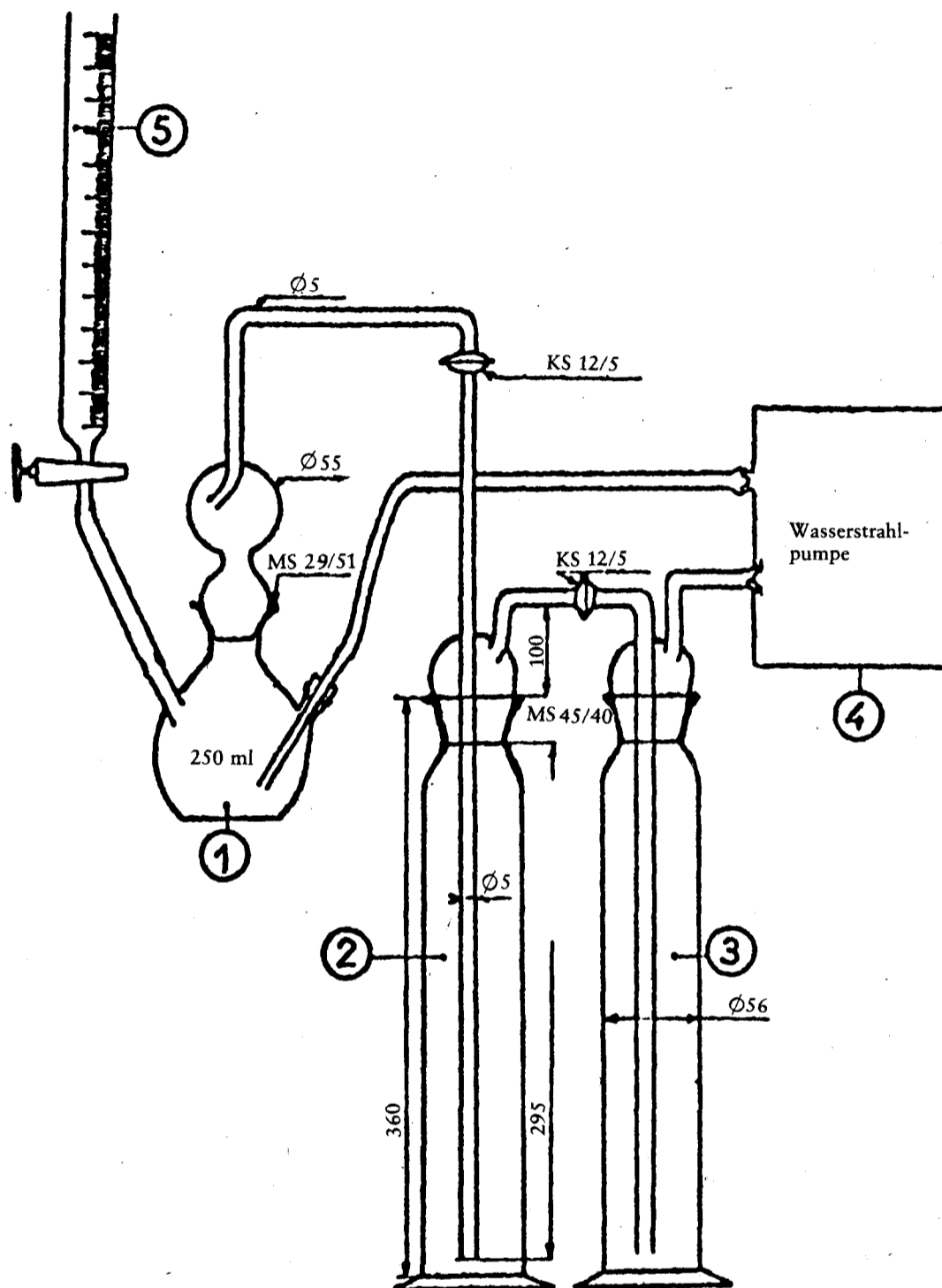
Natriumdihydrogenphosphat-2-hydrat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	400 g
Phosphorsäure H_3PO_4 (d 20° = 1,63)	50 ml
Ausgekochtes, destilliertes Wasser zu	1 000 ml.

— 50% ige Natronlauge (g/g):

wäßrige Lösung von Natronlauge, die 50 g NaOH in 100 g Lösung enthält (d = 1,525). Die Lösung ist 2 Wochen vor dem Gebrauch herzustellen, um eventuell vorhandenes Na_2CO_3 absetzen zu lassen.

— 10% ige Oxydationslösung: Diese Lösung enthält 30,4 g H_2O_2 in 1 Liter.

Abbildung 1

Apparat zur Bestimmung des CO₂ im geschlossenen System

Die Überprüfung erfolgt manganometrisch im alkalischen Milieu.

Kupfersulfat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ gepulvert.

Mischindikator:

Phenolphthalein	1 g
Thymolphthalein	0,5 g
Äthanol 96°	100 ml.

0,2 n Salzsäure.

Durchführung der Bestimmung

Weine mit weniger als 4 g CO₂ in 1 Liter.

Die Flasche ist vor der Bestimmung eine Nacht im Kühlschrank bei 0 °C aufzubewahren.

In die Waschflasche (2) werden genau 150 ml Bariumhydroxidlösung gegeben. In den Kolben (1) gibt man einige Kristalle Kupfersulfat sowie 5 ml der 10% igen Oxydationslösung. Mittels eines Meßkolbens, der vorher auf 0 °C abgekühlt wurde, legt man 50 ml Wein vor und bringt den Wein vorsichtig in den Kolben (1). Man schließt den Kolben an die Apparatur an und überläßt ihn 10 Minuten der Ruhe.

Sodann stellt man die Wasserstrahlpumpe an, gibt durch eine Bürette 20 ml Pufferlösung und läßt diese 30 Minuten einwirken. Dann stellt man die Wasserstrahlpumpe ab, entnimmt 50 ml Bariumhydroxidlösung aus der Waschflasche (2) und titriert mit 0,2 n Salzsäure gegen den Mischindikator.

V₂ = verbrauchte ml.

Es ist unerlässlich, den Titer von 150 ml der Bariumhydroxidlösung täglich zu kontrollieren.

V₁ = verbrauchte ml 0,2 n Salzsäure.

Berechnung

Gehalt des Weines an CO₂ g/l

$$(V_1 \times 3 V_2) \times 0,088 \times \frac{V_1}{50}$$

Weine mit mehr als 4 g CO₂ in 1 Liter.

Die Flasche muß vor der Bestimmung eine Nacht im Kühlschrank bei 0 °C aufbewahrt werden.

Der vorsichtig geöffneten Flasche entnimmt man 50 ml der Flüssigkeit und gibt 50 ml der 50% igen Natronlauge in der Weise zu, daß man die Lauge vorsichtig und langsam an der Flaschenwand herunterlaufen läßt. Man verschließt sofort, mischt durch Schütteln und stellt in ein Wasserbad von 20 °C ein.

In die Waschflasche (2) werden genau 300 ml Bariumhydroxidlösung gegeben. In den Kolben (1) gibt man einige Kristalle Kupfersulfat sowie 5 ml der 10% igen Oxydationslösung.

Sodann gibt man vorsichtig 50 ml Wein in den Kolben, schließt den Kolben an die Apparatur an und überläßt ihn 10 Minuten der Ruhe. Die vorgelegte Weinmenge wird auf 25 ml reduziert, wenn der Wein mehr als 8 g CO₂ in 1 Liter enthält.

Man stellt die Wasserstrahlpumpe an, gibt durch eine Bürette (5) 40 ml Pufferlösung und läßt 30 Minuten einwirken. Die Wasserstrahlpumpe wird nach dieser Zeit abgestellt und aus der Waschflasche (2) 50 ml Bariumhydroxidlösung entnommen. Man titriert mit 0,2 n Salzsäure gegen den Mischindikator

V₂ = verbrauchte ml,

V₁ = verbrauchte ml auf 150 ml Bariumhydroxidlösung.

Berechnung

Man mißt das in der Flasche vorhandene Volumen zuzüglich des Probevolumens (50 oder 25 ml).

V = Gesamtvolumen. Man berechnet dann den Korrekturfaktor unter Berücksichtigung der 50 ml 50% iger Natronlauge, die der Flasche zugegeben worden sind.

$$F = \frac{V}{V \times 50}$$

Der Gehalt des Weines an CO₂ g/l beträgt bei 50 ml Probevolumen:

$$(2 V_1 \times 6 V_2) \times 0,088 \times f \times \frac{V_1}{50}$$

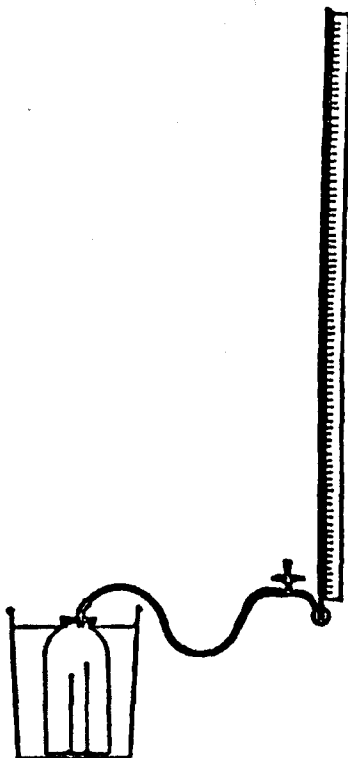
Das Resultat ist mit dem Faktor 2 zu multiplizieren, wenn das Probevolumen 25 ml betrug.

22.3. GEBÄUCHLICHE METHODE**Apparate**

1. Wassermanometer von 1 m Länge und 1,5 bis 2 mm innerem Durchmesser. Der Auffangbehälter ist mit einem Hahn ausgestattet, der die Verbindung mit der Atmosphäre herstellt. Vertikal angebracht ist das Manometer mit einem graduierten beweglichen Stab. Der Auffangbehälter enthält etwa 3 ml Wasser. Der Nullpunkt des beweglichen Stabes wird bei geöffnetem Hahn auf das gleiche Niveau der Wassersäule im Manometer eingestellt.

2. Ein 1-Liter-Gefäß mit einem bis zum Boden des Gefäßes reichenden Glasrohr (innerer Durchmesser 30 mm, Länge 140 mm). Das Gefäß kann durch einen flachen Stopfen luftdicht verschlossen werden. Der Stopfen ist mit einem Glasrohr (innerer Durchmesser 4 mm) ausgestattet, an dem ein Gummischlauch (innerer Durchmesser 4 mm, Länge 60 cm) das Gefäß mit dem Manometer verbindet. Der Rauminhalt dieses Gefäßes beträgt 994 ml.

Abbildung 2



Für Schaumweine, Perlweine, perlenden Cidre und Bier verwendet man ein 1-Liter-Gefäß gleicher Art, jedoch ohne ein zentral angeordnetes Glasrohr. Der Rauminhalt dieses Gefäßes bis zum Glasrohr, luftdicht verschlossen, beträgt 1 030 ml.

3. Ein 8- bis 10-Liter-Gefäß, in das das oben beschriebene Gefäß bis zum Hals eintauchen kann. Dieser Kübel wird mit Wasser von Zimmertemperatur gefüllt. Die Wassertemperatur wird mit einem Thermometer (0,5 °C-Einteilung) abgelesen.
4. Pipetten: 50, 20, 10 und 1 ml mit genügend langer Auslaufspitze, um den Flaschenboden zu erreichen.

Reagenzien

50% ige Natronlauge (Dichte bei 20/20 °C = 1,50 bis 1,54). Solange diese Lauge, die vorrätig gehalten werden kann, klar und durchsichtig erscheint, ist sie carbonatfrei.

Das Reagens ist als „Gift“ zu kennzeichnen. Zur Entnahme von 30 oder 20 ml für kohlenstoffreiche Erzeugnisse ist ein Peleusball zu verwenden. Zur Entnahme von Milliliter dieser Lauge genügt es, die Pipette in die Lösung zu tauchen. Keinesfalls darf die korrosive Flüssigkeit mit dem Mund angesaugt werden.

Weinsäure, kristallin (die Kristalle sollen 2 bis 4 mm stark sein).

Lösung von Natriumcarbonat, wasserfrei, rein: 4,73 g Na₂CO₃/l Liter. Durch Weinsäure im Überschuß wird aus dieser Lösung das entsprechende Volumen an Kohlendioxid freigesetzt.

Durchführung der Bestimmung

1. Stillweine ⁽¹⁾

30 bis 50 ml Wein werden mit Hilfe einer Wasserstrahlpumpe sorgfältig während 2 bis 3 Minuten von Kohlensäure befreit. In Ermangelung einer Wasserstrahlpumpe genügt es auch, während 5 bis 10 Sekunden den Wein (30 bis 50 ml) in einem 1-Liter-Gefäß energisch zu schütteln.

Der Wein wird sodann in ein anderes Gefäß gleicher Größe überführt und dem gleichen Arbeitsgang unterworfen. Die Probe enthält sodann nicht mehr als 0,2 oder 0,3 % CO₂.

Einige Milliliter des vom Kohlendioxid befreiten Weines werden in das oben beschriebene Gefäß pipettiert. Man schüttelt kurz, um den Wein im ganzen Gefäß zu verteilen, läßt ablaufen und bringt

⁽¹⁾ Im Sommer und bei Weinen mit verhältnismäßig viel Kohlendioxid sollte die Flasche vor Entnahme der Probe auf 10 °C gekühlt werden.

nach dem Schließen des Gefäßes dieses in ein Wasserbad. Nach 1 oder 2 Minuten hat sich das Niveau des Wasserstandes im Manometer stabilisiert. Der Manometerhahn wird geöffnet, in das zentrale Glasrohr 0,05 ml des von Kohlendioxid befreiten Weines gegeben, sodann langsam 50 ml der zu untersuchenden Flüssigkeit in der Weise, daß man die Pipette bis zum Boden des Gefäßes führt.

Das Gefäß wird dann wieder verschlossen, ebenso der Hahn des Manometers. Man schüttelt kräftig 5 bis 10 Sekunden. Man beläßt das Gefäß 1 oder 2 Minuten im Wasserbad, schüttelt wiederum 2 Sekunden und bringt es wieder in das Wasserbad zurück.

Der Überdruck „h“ wird, sobald sich das Niveau des Wasserspiegels im Manometer nicht mehr ändert, abgelesen und die Temperatur des Wasserbades auf 1 °C genau abgelesen.

Berechnung: Die Wasserhöhe im Manometer in Millimeter wird mit dem Koeffizienten „F“ multipliziert, um die Menge an CO₂ in Milliliter des Gases in einem Liter Wein zu erhalten.

Der Koeffizient „F“ variiert zwischen 1,7 bis 1,9, entsprechend der Temperatur und dem Rauminhalt des Gefäßes (siehe Tabelle I, Spalte 2). Um den Gehalt in mg/l Wein auszudrücken, wird das Ergebnis mit 1,977 multipliziert.

2. Perlweine, Schaumweine, Biere usw.

Vor Beginn der Bestimmung wird die Füllhöhe in der Flasche durch Markierung am Flaschenhals festgestellt. Die volle und verschlossene Flasche wird bei -4 °C gekühlt. Sodann werden nach dem Öffnen der Flasche 30 ml Wein (bei perlenden Weinen 20 ml) entnommen (vorausgesetzt, daß die Flasche etwa 80 cl Wein enthält).

Man gibt sofort 30 ml (bzw. 20 ml bei Perlweinen) der 50 % igen Lauge zu. Man verschließt die Flasche in der Weise, daß ein Luftpilster von etwa 3 ml verbleibt. Man schüttelt sofort und bringt den Flascheninhalt wieder auf Zimmertemperatur.

In das unter 2 beschriebene Gefäß (ohne Glasmittelrohr) gibt man 1 ml Lauge, 10 ml des alkalisch gemachten Weines (Schaumwein) oder 20 ml des alkalischen Perlweines. Man verschließt die Flasche und schüttelt zur Sättigung der Atmosphäre im Flaschenraum mit wäßrig-alkoholischen Dämpfen. Man beläßt die Flasche für 2 bis 3 Minuten im Wasserbad.

Sodann gibt man 4 g Weinsäure in die Flasche, verschließt diese sofort, ebenso den Manometerhahn. Zur Mischung des Weines mit der Weinsäure schüttelt man kräftig. Der Wein wird klar, Kohlendioxid entwickelt sich und im Manometer steigt der Flüssigkeitsspiegel. Die Flasche wird 1 oder 2 Minuten in das Wasserbad gestellt, wiederum geschüttelt, in das Wasserbad zurückgestellt und der Überdruck „h“ bei konstantem Niveau am Manometer abgelesen, ebenso die Temperatur des Bades auf 1 °C genau.

Nach diesen Arbeitsgängen mißt man genau die Menge „Q“ ml des ursprünglichen Weines in der Flasche mit Hilfe der vorher angebrachten Markierung am Flaschenhals.

Berechnungen: Die anfangs im Wein enthaltene Menge an CO₂ wird durch die nachfolgende Formel wiedergegeben:

$$X = \frac{Q}{Q - 30 \text{ (bzw. 20)}} \times F \times H \text{ ml CO}_2/\text{l Wein.}$$

Es bedeuten:

Q = Weinvolumen vor jeglichem Arbeitsgang,

F = Koeffizient, siehe Tabelle I.

Diese Arbeitsweise kann auch zur annähernden Schätzung der Gesamt-CO₂ im Wasser, Mineralwasser und Wasser mit zugesetzter Kohlensäure angewendet werden.

Weist das zur Verfügung stehende Gefäß nicht den in Tabelle I 3. Reihe angegebenen Rauminhalt auf, so kann F durch folgende Formel berechnet werden:

$$F = \left(BV + \frac{A}{1 + at} \right) \frac{1000}{10\,350\,V}$$

B = Koeffizient der Löslichkeit von CO₂ im Wein oder Wasser (siehe Tabelle II),

V = Volumen des Weines im Gefäß.

TABELLE I

Koeffizient F

Technik	1	2	2	3
Gefäß....	mit zentralem Glasrohr	ohne	ohne	ohne
Rauminhalt A + V ml	994 ml	1 030 ml	1 030 ml	1 030 ml
Art der Probe	Stillwein	Schaumwein	Wein, Cidre, Perlwein, Bier, Wasser usw.	Stille Wässer
Flüssigkeitsvolumen V ml	50 ml	10 ml	20 ml	100 ml
10 °C	1,86	9,55	4,77	0,982
11 °C	1,86	9,51	4,75	0,975
12 °C	1,85	9,48	4,73	0,969
13 °C	1,84	9,45	4,72	0,963
14 °C	1,83	9,42	4,70	0,956
15 °C	1,82	9,39	4,68	0,950
16 °C	1,81	9,35	4,67	0,943
17 °C	1,80	9,32	4,65	0,938
18 °C	1,79	9,29	4,64	0,933
19 °C	1,78	9,26	4,62	0,927
20 °C	1,77	9,23	4,61	0,922
21 °C	1,77	9,20	4,60	0,917
22 °C	1,76	9,17	4,58	0,913
23 °C	1,75	9,14	4,56	0,906
24 °C	1,74	9,11	4,55	0,901
25 °C	1,73	9,08	4,53	0,897
26 °C	1,73	9,04	4,51	0,892
27 °C	1,72	9,01	4,50	0,887
28 °C	1,71	8,98	4,49	0,882
29 °C	1,70	8,95	4,47	0,878
30 °C	1,70	8,92	4,46	0,874

A = Freiraum der Flasche, vermindert um V und im Fall von Schaumweinen um 1 ml 50% ige Lauge und 2,5 ml Volumen der 4 g Weinsäure.

Das Verhältnis 1/1 + at siehe Tabelle II, 2. Kolonne.

Anmerkung:

Die Gültigkeit der Tabelle I ist gegeben für: Wasser, wie für trockene Weine mit Alkoholgehalten von 10 bis 14, sowie für Weine mit weniger als 50 g/l Zucker; sie gilt sowohl für Stillweine als auch für Schaumweine, Perlweine, perlende Cidres, Biere, Wässer mit zugesetzter Kohlensäure usw.

Wichtige Bemerkung:

Nach jeder Bestimmung ist es erforderlich, die Atmosphäre im Gefäß zu erneuern; hierzu wird dieses völlig mit Wasser gefüllt, um die so im Gefäß befindliche CO₂ auszutreiben.

TABELLE II

Koeffizient B

Löslichkeit der CO₂ in Liter CO₂ bei 0°; 760 mm Hg/Liter Wasser oder alkoholisch-wässrigen Mischungen bei einer Temperatur 1°C.

t°C	$\frac{1}{1 + \alpha t}$	B ⁽¹⁾ Wasser	B ⁽²⁾ 10% Vol	B ⁽²⁾ 12% Vol	B ⁽²⁾ 14% Vol	B ⁽²⁾ 10% Vol + 50 g/l Zucker
10	0,965	1,194	1,10	1,08	1,05	1,03
11	0,961	1,154	1,06	1,04	1,02	1,00
12	0,958	1,117	1,02	1,00	0,98	0,96
13	0,955	1,083	0,99	0,97	0,95	0,92
14	0,951	1,050	0,95	0,93	0,91	0,89
15	0,948	1,019	0,92	0,90	0,88	0,85
16	0,944	0,985	0,88	0,86	0,84	0,82
17	0,941	0,956	0,85	0,83	0,81	0,79
18	0,938	0,928	0,82	0,80	0,78	0,76
19	0,935	0,902	0,79	0,77	0,75	0,73
20	0,932	0,878	0,76	0,74	0,72	0,71
21	0,929	0,847	0,74	0,72	0,70	0,68
22	0,926	0,820	0,71	0,69	0,66	0,66
23	0,923	0,794	0,69	0,67	0,64	0,63
24	0,920	0,770	0,66	0,64	0,62	0,61
25	0,917	0,759	0,64	0,62	0,60	0,59
26	0,913	0,738	0,62	0,60	0,58	0,57
27	0,910	0,718	0,60	0,58	0,56	0,55
28	0,907	0,700	0,58	0,56	0,54	0,53
29	0,904	0,685	0,56	0,54	0,52	0,51
30	0,901	0,665	0,55	0,53	0,51	0,50

⁽¹⁾ Tabelle nach Bohr.

⁽²⁾ Tabelle nach Agabalianz.

Kontrolle der Methode

Die Prüfung einer eingestellten Natriumcarbonatlösung, die unter der Einwirkung eines Überschusses an Weinsäure die entsprechende Menge an Kohlendioxid entwickelt, ist erforderlich.

Genauigkeit der Methode

Etwa 3 bis 5%. Diese Genauigkeit ist für die Praxis ausreichend, da CO₂ sehr leicht im Verlauf des Umfüllens, Abstiches usw. aus dem Wein entweicht. In Grenzfällen und bei der Erstellung von Gutachten sollte eine Übereinkunft in der Anwendung einer genaueren Methode getroffen werden.

Relation zwischen dem Druck und der in einem Schaumwein enthaltenen Kohlendioxidmenge

Die in einem Schaumwein enthaltene Menge Kohlendioxid ist durch die folgenden Gleichungen gegeben:

Liter CO₂/Liter Wein: $(1 + 0,987 \cdot P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$.

Gramm CO₂/Liter Wein: $1,977 (1 + 0,987 \cdot P) (0,86 - 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$.

P = Kohlensäureüberdruck im Behälter in bar bei 20°C,

A = Alkoholgehalt in Vol% des Weines,

s = Zuckergehalt des Weines in Gramm/Liter.

Berechnung:

P_t = Überdruck in bar bei der Temperatur t

$$P_t \cdot 0,987 \text{ (1 bar = 0,987 Atm.)} + 1 = P_{a_t} \text{ (absoluter Druck bei } t^\circ\text{C in Atm.)}$$

Mit Hilfe der untenstehenden Tabelle wird $P_{a_{20}}$ (absoluter Druck in Atm. bei 20°C) berechnet.

$$P_{a_{20}} = 1 + 0,987 P \text{ (P = Überdruck bei } 20^\circ\text{C in bar)}$$

Die in einem Schaumwein enthaltene Menge Kohlendioxid ist durch die folgenden Gleichungen gegeben:

$$\text{Liter CO}_2/\text{Liter Wein: } P_{a_{20}} \cdot (0,86 \cdot 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$$

oder

$$(1 + 0,987 \cdot P) (0,86 \cdot 0,01 A) (1 - 0,00144 s)$$

$$\text{Gramm CO}_2/\text{Liter Wein: } 1,977 P_{a_{20}} (0,86 - 0,01 A) (1 \cdot 0,00144 s)$$

oder

$$1,977 (1 + 0,987 \cdot P) (0,86 - 0,01 A) (1 \cdot 0,00144 s)$$

Bemerkungen:

1. Ist das Manometer auf absoluten Druck in Atmosphären geeicht, wird der gemessene Druck mit dem in der untenstehenden Tabelle angegebenen Koeffizienten $\frac{P_{a_{20}}}{P_{a_t}}$ multipliziert, um ihn auf 20°C umzurechnen.
2. Ist das Manometer auf Überdruck in Atmosphären geeicht, ist 1 zum Meßwert zuzuzählen, bevor die Umrechnung durchgeführt wird.

In beiden Fällen kann man — ausgehend vom erhaltenen Wert $P_{a_{20}} - P$ berechnen, den Überdruck in bar bei 20°C und die im Wein enthaltene Menge Kohlendioxid in Liter und in Gramm/Liter.

Beziehung des absoluten Drucks $P_{a_{20}}$ eines Schaumweines bei 20°C zum absoluten Druck P_{a_t} bei einer Temperatur von $t^\circ\text{C}$

$t^\circ\text{C}$	$\frac{P_{a_{20}}}{P_{a_t}}$	$t^\circ\text{C}$	$\frac{P_{a_{20}}}{P_{a_t}}$	$t^\circ\text{C}$	$\frac{P_{a_{20}}}{P_{a_t}}$
— 5	2,44	9	1,50	23	0,90
— 4	2,36	10	1,44	24	0,87
— 3	2,29	11	1,39	25	0,84
— 2	2,21	12	1,34	26	0,81
— 1	2,14	13	1,29	27	0,78
0	2,07	14	1,24	28	0,75
1	2,00	15	1,20	29	0,72
2	1,93	16	1,16	30	0,70
3	1,86	17	1,11	31	0,68
4	1,80	18	1,07	32	0,66
5	1,83	19	1,03	33	0,64
6	1,67	20	1,00	34	0,62
7	1,61	21	0,97	35	0,60
8	1,55	22	0,93		

Hinweis:

Die oben bestehenden Beziehungen gelten für Alkoholgehalte zwischen 10 und 14 Vol% und Zuckergehalten zwischen 0 und 100 Gramm/Liter. Zeigen die Weine keine konstante Zusammensetzung, können die Werte um 2 bis 3% schwanken.

23. ALLYLISOTHIOCYANAT

1. Prinzip

Gaschromatographische Identifizierung des Allylthiocyanats nach destillativer Anreicherung.

2. Reagenzien

2.1. Äthanol (Äthylalkohol) etwa 95 % z.A.

2.2. Standardlösung: alkoholische Lösung von Allylthiocyanat (C_4H_5NS) 15 mg/l

2.3. Kühlmischung: Äthanol und Trockeneis (Temperatur $-60^\circ C$)

3. Geräte und Hilfsmittel

3.1. Destillationsapparatur im Stickstoffstrom (siehe Abb.)

3.2. Heizmantel mit Temperaturregelung

3.3. Durchflußmesser

3.4. Gaschromatograph mit ECD für Schwefelverbindungen ($\lambda = 394 \text{ nm}$)

3.5. Stahlchromatographiesäulen (lichte Weite 3 mm, Länge 3 m).

CARBOWAX 20 M auf CHROMOSORB (10%) WHP 80—100 mesh

3.6. Mikrospritzen 10 μl

4. Durchführung

2 Liter Wein werden in den Destillationskolben gegeben. Man gibt wenige Milliliter Äthanol in die beiden Auffangrohre, bis der poröse Teil der „Schwimmkörper für die Gasdispersion“ vollständig eintaucht. Die beiden Auffangrohre werden durch die Kühlmischung äußerlich gekühlt. Der Destillationskolben wird an die Auffangrohre angeschlossen und durch die Apparatur ein Stickstoffstrom (drei Liter/Stunde) geleitet. Der Wein wird dann durch entsprechende Einstellung der Temperatur des regulierbaren Heizmantels auf $80^\circ C$ erhitzt und anschließend 45 bis 50 ml Destillat aufgefangen.

Gaschromatische Bedingungen

Temperatur des Einspritzblockes: $200^\circ C$

Temperatur der Säule: $130^\circ C$

Heliumdurchfluß: 20 ml/Minute

Mit Hilfe der Mikrospritze wird von der Standardlösung eine solche Menge eingespritzt, daß ein deutlicher Peak vom Allylthiocyanat entsteht.

Sodann spritzt man eine entsprechende Menge des Destillats ein und vergleicht aufgrund der Retentionszeiten den entstehenden Peak aus dem Destillat mit dem der Standardlösung.

Unter den oben angegebenen Bedingungen treten normalerweise keine Störungen von anderen Substanzen des Weines auf, die der Retentionszeit des Allylthiocyanats entsprechen.

Abbildung 1

Apparatur zur Destillation unter Stickstoff

