

LEO KÜBLER

ARÄOMETER THERMOMETER GMBH

Dr. Alber | Neue Technologien für Prüf- und Meßtechnik in Glas

BEDIENUNGSANLEITUNG

26/9/5

Unbedingt vor Gebrauch lesen!

VINOQUANT 2

(vormals Alkodes 2)



Art. Nr. K 4200

Zugehörige Dokumente:

- a) Kübler destillative Analysensysteme 1
- b) Kübler destillative Analysensysteme 3
- c) Bedienungsanleitung Autodest 10

Nachdruck, auch auszugsweise, verboten!

Leo Kübler GmbH
Stephanienstr. 42-44
D-76133 Karlsruhe
Telefon: 0721/22491 + 21090
Telefax: 0721/27903

LEO KÜBLER

ARÄOMETER THERMOMETER GMBH
Dr. Alber | Neue Technologien für Prüf- und Meßtechnik in Glas

BEDIENUNGSANLEITUNG

26/9/5

Unbedingt vor Gebrauch lesen!

**Kübler destillative
Analysensysteme 1**

Leo Kübler GmbH
Stephanienstr. 42-44
D-76133 Karlsruhe
Telefon: 0721/22491 + 21090
Telefax: 0721/27903

Nachdruck, auch auszugsweise, verboten!

Inhaltsverzeichnis

1	ALLGEMEINES	4
1.1	Lieferumfang	4
1.2	Bestimmungsgemäßer Gebrauch	5
1.3	Sonstiges.....	6
2	ZUSAMMENBAU UND GEBRAUCH DER GERÄTE	7
3	BESTIMMUNG DES ALKOHOLGEHALTS.....	8
3.1	Scheinbarer Alkoholgehalt von Likören.....	9
3.2	Scheinbarer Alkoholgehalt von Maische	10
3.3	Scheinbarer Alkoholgehalt von Wein	10
3.4	Scheinbarer Alkoholgehalt von Sekt und Schaumwein	11
3.5	Scheinbarer Alkoholgehalt bei Proben mit über 20 % vol.....	12
3.6	Wahrer Alkoholgehalt.....	13
4	BESTIMMUNG DES EXTRAKTGEHALTS VON WEIN	14
4.1	Dichte (20 °C) des Weines (ζ_w).....	14
4.2	Dichte (20 °C) des Alkoholdestillats (ζ_a)	14
4.3	Extrakt.....	14
5	BESTIMMUNG DER FLÜCHTIGEN SÄUREN	15
6	ERGEBNISLISTE	15

1 Allgemeines

1.1 Lieferumfang

Menge	Art.-Nr.	Bezeichnung
1	K 1170	Wanne (stabiler Kunststoff) samt 2 m Ablaufschlauch
6	K 1177	Glaszylinder für L2000 + 6 Stück O-Ring
1	K 1183	Messkolben, 100 ml (Glas) samt Kunststoffstopfen
3	K 1185	Probenflasche, 250 ml (Kunststoff)
1	K 1190	Schliff fett auf Silikonbasis (Tube)
1	K 1191	Antischaum
1	K 1193	Spritzflasche, 250 ml (Kunststoff) für destilliertes Wasser
5	K 1196	Bleiring
2	K 1360	Pipette, 3 ml (Kunststoff)
1	K 1362	Vollpipette, 50 ml (Glas)
1	K 1403	Schwimmthermometer
1	K 1502	Aräometer-Aufbewahrungsgestell (10 Plätze, Kunststoff)
1	K 1505	Glaszylinder-Aufbewahrungsgestell (6 Plätze, Kunststoff)
1	K 1900	AUTODEST 10 (automatische Destillationseinrichtung) samt 2,5 m Zulaufschlauch mit $\frac{3}{4}$ "-Anschlussstücken, 2,5 m Ablaufschlauch, 0,2 m Destillatablaufschlauch, Pumpeneinheit für destilliertes Wasser und Wassersprühpistole
1	K 1901	Bedienungsanleitung
1	K 3501	Temperatur-Korrektions-Nomogramm für Alkoholometer samt Ablesewinkel, Messbereich 0,0-30,0 % vol, laminiert, sehr haltbar
1	K 3500	Temperatur-Korrektions-Nomogramm für Alkoholometer, Messbereich 26,0-56,5 % vol, laminiert, sehr haltbar
1	K 3600	Temperatur-Korrektions-Nomogramm für Alkoholometer, Messbereich 54,0-84,0 % vol, laminiert, sehr haltbar
1	K 80070	Ergebnisliste
1	L 1005	Probenlöffel (Kunststoff)
1	L 1013	Messbecher, 250 ml (Kunststoff),
1	L 1046	Trichter (Kunststoff)
1	L 2000	Kardanisches Stativ (sehr stabil + leichtgängig)
1	L 2002	Reduzierstück + für L2000 + Kunststofffuß + Schutzring
1	L 2006	Lupe für L 2000

Gleich bei Anlieferung kontrollieren, ob alles Bestellte geliefert wurde.

Damit sofort gearbeitet werden kann, sollten evtl. beim Anwender nicht vorhandene, aber erforderliche Zusatztteile mitbestellt werden (siehe „Optionales“ in der Preisliste), z.B. ein geeignetes Alkoholometer.

1.2 Bestimmungsgemäßer Gebrauch

Das „VINOQUANT 2“ ist ein komplettes Analysensystem zur sehr schnellen und höchstgenauen Bestimmung des Alkoholgehalts von Likör, Wein, Sekt, Maische, des Extraktgehalts und der flüchtigen Säuren von Wein - ohne Benutzung eines elektrischen Thermostaten und ohne gefährliche Chemikalien. Die Basis der Bestimmung ist die Destillation = Referenzmethode (Trennung von Alkohol und anderen Bestandteilen einer Flüssigkeit durch Verdampfen und anschließender Abkühlung der übergetretenen Dämpfe, die sich zum Destillat verdichten).

Bitte beachten:

- Das Autodest 10 ist ein Wasserdampfdestillationsgerät. Als Erfahrungswert gilt, dass bei normalem Betrieb (d.h. bei 100 % Dampf) bei Alkoholkonzentrationen über 25 % vol nicht mehr der gesamte Alkoholgehalt ausgetrieben wird. Bei einem Alkoholgehalt von etwa 25 % bis etwa 33 % vol sollte daher die Dampfleistung auf 50 % reduziert werden. Bei Proben mit einem Alkoholgehalt von mehr als 33 % vol empfehlen wir, die Probe vor dem Einsatz entweder im Verhältnis 1 : 1 zu verdünnen oder nur 50 ml anstelle von 100 ml Probe einzusetzen. Bei dieser Arbeitsweise ist der Alkoholgehalt im Destillat nur 50 % des Wertes, weil aus 50 ml Probe 100 ml abdestilliert worden sind. Das Messergebnis ist daher zu verdoppeln. Bei höherem Alkoholgehalt muss noch stärker verdünnt werden. Bei Proben mit einem Alkoholgehalt von etwa 33 % bis 42 % vol braucht die beim Verdünnen auftretende Volumenänderung nicht berücksichtigt zu werden, weil sie sehr gering ist und daher in der Größenordnung der Fehlergrenze der Bestimmung liegt. Bei höheren Gehalten über 42 % vol sollte sie jedoch berücksichtigt werden. Näheres dazu auf Anfrage.
- Für hochgenaue Alkoholbestimmungen empfehlen wir eine empirische Alkoholkorrektur vorzunehmen. Grund hierfür sind die bei jeder Destillation unvermeidlichen Alkoholverluste, welche beispielsweise bei einer 10%-igen Lösung bei sorgfältigstem Arbeiten 0,03 % vol gerade noch unterschreiten sowie Besonderheiten der Wasserdampfdestillation selbst.

Wir empfehlen folgende Korrektur, die im Bereich von 0 % vol bis 20 % vol gilt:

$$A = B * 1,0035$$

Mit

A = Korrigierter Alkoholgehalt der Probe in % vol

B = Der mit AUTODEST 10 bestimmte Alkoholgehalt in % vol

Beispiel:

Es wurde mit dem Vinoquant 2 ein Alkoholgehalt von 13 % vol bestimmt.

Der empirisch korrigierte Alkoholgehalt beträgt

$$13 \% \text{ vol} * 1,0035 = 13,046.$$

- Bei der aräometrischen Messung von Alkohollösungen unter 5 % vol empfehlen wir den Einsatz unserer Aräometer-Reinigungsflüssigkeit in Verbindung mit unserem Neutralisator. Dies ermöglicht es dem Anwender, aräometrische Präzisionsmessungen bei niedrigen Alkoholgehalten ohne mehrfache Reinigung der Flüssigkeitsoberfläche mit Überlaufgefäßen und auch ohne die sonst obligatorische Reinigung der Aräometer mit Chromschwefelsäure durchzuführen. Näheres auf Anfrage (bei Händler oder Hersteller).

1.3 Sonstiges

Um eine kurze Destillationszeit zu erzielen, wird das Verfahren der Wasserdampf-Destillation angewandt (Austreiben des Alkohols durch eingeblasenen Wasserdampf). Hierbei kann die Destillationszeit im Vergleich zur normalen Destillation außerordentlich herabgesetzt werden. Ein weiterer Vorzug dieser Verfahrensweise ist die schonende Gewinnung des Destillationsrückstands (= Extrakt): Örtliche Überhitzung und Spratzen im Destilliergefäß werden vermieden und damit auch Sirup- oder Krustenbildung; chemische Veränderungen des Rückstands sind ausgeschlossen. Der weitgehend automatisierte Ablauf befreit den Analytiker von zeitraubender manueller Tätigkeit.

Die sonst übliche Thermostatisierung der Messvolumina auf genau 20 °C erübrigt sich bei diesem Messsystem, wenn die Einhaltung einer Temperaturgleichheit von +/- 3 °C bei Ein- und Ausmessung der Probenvolumina erfolgt.

Der „Naturthermostat“ (Kunststoff- Wanne und Wasser) dient dazu, die erforderliche Temperaturgleichheit der verschiedenen Flüssigkeiten sicherzustellen, nämlich von Proben, Destillat und destilliertem Wasser, wie auch von Glaszylinder und Aräometer. Dadurch werden die betreffenden Volumina gleich. Wegen der isolierenden Eigenschaften der Luft findet im Wasserbad eine wesentlich schnellere Temperaturangleichung statt als beim bloßen Nebeneinander- Stehenlassen in einem Raum.

2 Zusammenbau und Gebrauch der Geräte

- Destillationsgerät AUTODEST 10 gemäß Bedienungsanleitung aufstellen.
- Stets nur saubere Gerätschaften einsetzen (vgl. Kapitel 5).
- Leere Kunststoffwanne neben AUTODEST 10 stellen.
- Wannenablaufschlauch an Wanne befestigen. Er darf bis zu seinem Ausfluß in einer Spüle u. dgl. nirgends höher liegen als der Wannenauslauf.
- Destillatablaufschlauch in die Wanne hängen, dabei nicht die starre Kunststoffspitze mit bloßen Fingern berühren.
- Darunter - bleiringbeschwert - den leeren, zur Aufnahme des Destillats bestimmten Messkolben stellen
- Destillatablaufschlauch in den Messkolben stecken (Kunststoffspitze nicht berühren).
- Kühlwasserablaufschlauch in die Wanne legen.
- Durch drücken der Taste für das Kühlwasserventil am AUTODEST 10 die Wanne mit Leitungswasser füllen (bis zum Überlauf). Dann die Wasserzufuhr stoppen.
- Ende des Kühlwasserablaufschlauchs in den Wasserablauf (Spüle u. dgl.) legen.
- Probenflasche (n) (innen trocken) mit ca. 130 ml Probe sowie Spritzflasche mit destilliertem Wasser – bleiringbeschwert – in das Wasserbad stellen, am besten 15 – 20 Minuten vor Beginn der Destillation. Je höher die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Wasser ist, desto länger muß gewartet werden.
- Aufbewahrungsgestelle für Aräometer und Glaszylinder in das Wasserbad stellen. Trockene Glaszylinder und Aräometer (in sinnvoller Folge) in die Plätze stellen.
- Kardanisches Stativ montieren.
- Stativ möglichst dicht neben die Wanne stellen. Dieser Platz muss erschütterungsfrei, hell und blendfrei sein.
- Restliche zur Lieferung gehörende Gegenstände bereitlegen.

3 Bestimmung des Alkoholgehalts

Bitte beachten!

- Nur bei Alkoholgehalten unter 20 %vol wird bei der Wasserdampfdestillation der gesamte Alkohol ausgetrieben und überdestilliert. Soll mit dem AUTODEST 10 der Alkoholgehalt einer Flüssigkeit mit hohem Alkoholgehalt bestimmt werden, ist nach Abschnitt „3.5 Scheinbarer Alkoholgehalt bei Proben mit über 20 %vol“ der Arbeitsanleitung vorzugehen.
- Wenn eine Destillation vorzeitig abgebrochen wird, befindet sich noch Alkohol in der Destillationsapparatur. Dieser Alkohol muss vor einer neuen Destillation ausgetrieben werden, indem destilliertes Wasser überdestilliert wird; bei abgebrochenen Destillationen deshalb immer sofort anschließend eine Destillation mit destilliertem Wasser durchführen!
- Um Alkoholverluste beim Befüllen des Destilliergefäßes auszuschließen, sollte dieses kalt sein. Dies erreicht man durch das Spülen des Destilliergefäßes mit kaltem Wasser. Dazu den Pistolengriff der Dusche auf die unverschlossene Öffnung des Destilliergefäßes setzen und mehrfach den Pistolengriff drücken.
- War die Destillationsvorrichtung längere Zeit nicht in Gebrauch, dann muss zuerst mit destilliertem Wasser eine Destillation durchgeführt werden.
- Zur Eingabe von Flüssigkeiten (Proben usw.) in das AUTODEST 10 ist die rote Kunststoffkappe vom Einfüllstutzen des Destilliergefäßes abzuschrauben und – erforderlichenfalls - der Trichter zu verwenden.
- Einstellung des AUTODEST 10: Es ist empfehlenswert, bei unbekanntem Proben mit den Einstellungen „manuell“ und „100 % Dampf“ zu arbeiten. Die erforderliche Destillationsdauer sollte festgehalten werden; dann kann bei erneuter Destillation dieser oder einer ähnlichen Probe Arbeitszeit eingespart werden, indem die zuvor notierte Destillationsdauer direkt eingestellt wird.

Um richtige Ergebnisse zu erhalten, müssen die folgenden Arbeitsbeschreibungen genau eingehalten werden, insbesondere müssen die Volumina genau abgemessen und die Aräometer genau abgelesen werden.

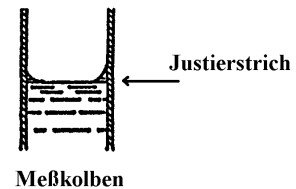
3.1 Scheinbarer Alkoholgehalt von Likören

Liegt der Alkoholgehalt des Likörs über 20 % vol, so ist entsprechend Abschnitt „3.5 Scheinbarer Alkoholgehalt.....“ zu verfahren.

- Gebinde vorsichtig ohne Luftblasenbildung umrühren und ca. 120 ml Likör entnehmen.
- Diesen Likör in saubere, trockene Probenflasche (250 ml) geben. Flasche verschließen.
- Saubere Spritzflasche mit destilliertem oder enthärtetem Wasser füllen und verschließen.
- Probe und destilliertes Wasser 10 – 20 Minuten in der Wanne auf ca. 20 °C (+/- 3 °C) temperieren.
- 100 ml Probe in den Messkolben abmessen, zweckmäßigerweise mit der Vollpipette, die letzten Tropfen mit der Kunststoffpipette. Darauf achten, dass sich keine Luftblasen im Messkolben befinden, und dass das Gefäß genau bis zum Justierstrich gefüllt ist. Dazu Ausführungen in Abschn. 2.2. in „Kübler destillative Analysensysteme 3“ beachten!

War der Messkolben noch spülfeucht, diesen zuvor mit derselben Probe ausspülen.

- Rote Verschlußkappe des Destilliergefäßes aufschrauben.
- Likör in das Destilliergefäß geben. Messkolben mit ca. 5 ml destilliertem Wasser (2 x vollgefüllte Kunststoffpipette) spülen und Spülwasser in das Destilliergefäß geben.
- Einige Tropfen Entschäumer zugeben.
- Ca. 5 ml destilliertes Wasser (2 volle Kunststoffpipetten) in den Messkolben geben und – bleiringbeschwert - unter den Destillatablauf ins Wasserbad stellen. Der Messkolben soll ca. 45 ° gegen das AUTODEST 10 geneigt sein. Er ist auf einen auf dem Wannensboden liegenden Bleiring zu stellen (vgl. nebenstehende Zeichnung).
- Destillatablaufschlauch hineinstecken. Das starre Ende des Schlauches muß unterhalb der Oberfläche des eingefüllten Wassers in der „Ecke“ sein.
- Rote Kunststoffkappe fest auf das Gewinde des Destilliergefäßes schrauben.
- Destillation starten, und zwar mit 100 % Dampfleistung.
- Destillieren, bis etwa 99 ml der Flüssigkeit in den Messkolben übergegangen sind (nachdem der Messkolben halbvoll ist, kann er senkrecht gestellt werden).
- Destillation des AUTODEST 10 beenden (sofern nicht im Automatikbetrieb gearbeitet wird).
- Destillatablaufschlauch aus dem Messkolben ziehen; über den Wannensrand legen, nicht in das Wannenswasser.
- Rote Kunststoffkappe am Destilliergefäß aufdrehen. Bedenken Sie, dass bei Belüftung der Glasarmaturen noch eine geringe Wassermenge, die sich im Kühler befindet, in den Messkolben fließt.
- 100-ml-Messkolben mit dem Destillat mit mitgeliefertem Stopfen verschließen; durch kreisförmige Bewegungen vorsichtig mischen; mittels Kunststoffpipette mit in der Wanne temperiertem, destilliertem Wasser (zur Not auch Kühlwasser) bis genau zur Marke auffüllen.
- Ablaufhahn des Destilliergefäßes öffnen und den Extrakt in untergestelltem Messbecher auffangen.
- Die Temperatur des aufgefüllten Destillats im Kolben kann innerhalb ± 3 °C von der Ausgangstemperatur der 100-ml-Probe (vor der Destillation) liegen (siehe Schwimmthermometer). Erforderlichenfalls Messkolben mit Destillat im Wasserbad bis zur Temperaturangleichung belassen.
- Der Inhalt des Messkolbens wird nun in den t r o c k e n e n , kardanisch aufgehängten sauberen Glaszylinder gefüllt und mit einem trockenen, sauberen Alkoholometer der scheinbare Alkoholgehalt gemessen (vgl. Absatz 2.3 in "Kübler destillative Analysensysteme 3"). Man liest sofort auch die Temperatur am eingebauten Thermometer ab.¹



Die Werte für Temperatur und Alkoholometeranzeige werden notiert. Bestimmen Sie dann den wahren Alkoholgehalt (Kapitel 3.6).

¹ Sollte der Destillatablaufschlauch mit Wannenswasser in Berührung kommen, ist – um Oberflächenspannungsverfälschungen zu vermeiden – das starre Kunststoffende innen und aussen mit destilliertem Wasser abzuspitzen. Berührung mit Hand/Finger vermeiden! Bei anschließender Destillation braucht das Kunststoffende nicht abgetrocknet zu werden!

3.2 Scheinbarer Alkoholgehalt von Maische

Wenn Sie den Alkohol von Maische bestimmen wollen, fragen Sie bitte bei der LEO KÜBLER GmbH nach.

3.3 Scheinbarer Alkoholgehalt von Wein

Soll auch der Extraktgehalt des Weins bestimmt werden, ist es empfehlenswert, zuerst die Weindichte zu bestimmen.

- Ca. 150 ml Wein entnehmen und in saubere, trockene Probenflasche (250 ml) geben. Flasche verschließen.
- Saubere Spritzflasche mit destilliertem oder enthärtetem Wasser füllen und verschließen.
- Wein und destilliertes Wasser 10 – 20 Minuten in der Wanne auf ca. 20 °C (± 3 °C) temperieren.
- 100 ml Probe in den Messkolben abmessen. Darauf achten, dass sich keine Luftblasen im Messgefäß befinden, und dass das Gefäß genau bis zum Justierstrich gefüllt ist, zweckmäßigerweise mit der Vollpipette, die letzten Tropfen mit der Kunststoffpipette. Ausführungen in Abschnitt 2.2 „Kübler destillative Analysensysteme 3“ beachten!

War der Messkolben noch spülfeucht, diesen zuvor mit etwas derselben Probe ausspülen.

- Rote Verschlusskappe des Destilliergefäßes aufschrauben.
 - Wein in das Destilliergefäß geben. Messkolben mit ca. 5 ml destilliertem Wasser (2 x vollgefüllte Kunststoffpipette) spülen und Spülwasser in das Destilliergefäß geben.
 - Einen halbvoll gestrichenen Probenlöffel Pulver WN in das Destilliergefäß geben.
 - Ca. 5 ml destilliertes Wasser (entspricht 2 vollen Kunststoffpipetten) in den Messkolben geben und – bleiringbeschwert - unter den Destillatablauf ins Wasserbad stellen. Der Messkolben soll ca. 45 ° gegen das Autodest 10 geneigt sein. Er ist auf einen auf dem Wannenboden liegenden Bleiring zu stellen (vgl. nebenstehende Zeichnung).
-
- Destillatablaufschauch hineinstecken. Das starre Ende des Schlauches muss unterhalb der Oberfläche des aufgefüllten Wassers in der „Ecke“ sein.
 - Rote Kunststoffkappe fest auf das Gewinde des Destilliergefäßes schrauben.
 - Destillation starten, und zwar mit 100 % Dampfleistung.
 - Destillieren, bis etwa 99 ml Destillat in den Messkolben übergegangen sind (nachdem der Messkolben halbvoll ist, kann er senkrecht gestellt werden).
 - Destillation des AUTODEST 10 beenden (sofern nicht im Automatikbetrieb gearbeitet wird).
 - Destillatablaufschauch aus dem Messkolben ziehen; über den Wannenrand legen, nicht in das Wannenwasser.¹
 - Rote Kunststoffkappe am Destilliergefäß aufdrehen. Bedenken Sie, dass bei Belüftung der Glasarmaturen noch eine geringe Wassermenge, die sich im Kühler befindet, in den Messkolben fließt.
 - 100 ml-Messkolben mit dem Destillat mit mitgeliefertem Stopfen verschließen; durch kreisförmige Bewegungen vorsichtig mischen; mittels Kunststoffpipette mit in der Wanne temperiertem, destilliertem Wasser (zur Not auch Kühlwasser) bis genau zur Marke auffüllen.
 - Ablasshahn des Destilliergefäßes öffnen und den Extrakt in untergestelltem Messbecher auffangen.
 - Die Temperatur des aufgefüllten Destillats im Kolben kann innerhalb ± 3 °C von der Ausgangstemperatur der 100 ml-Probe (vor der Destillation) liegen (siehe Schwimmthermometer). Erforderlichenfalls Messkolben mit Destillat im Wasserbad bis zur Temperaturangleichung belassen.
 - Der Inhalt des Messkolbens wird nun in den t r o c k e n e n , kardanisch aufgehängten sauberen Glaszylinder gefüllt und mit einem trockenen sauberen Alkoholometer der scheinbare Alkoholgehalt gemessen (vgl. Absatz 2.3 in "Kübler destillative Analysensysteme 3").
 - Man liest sofort auch die Temperatur am eingebauten Thermometer ab.



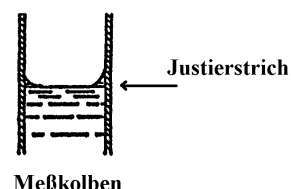
Die Werte für Temperatur und Alkoholometeranzeige werden notiert. Bestimmen Sie dann den wahren Alkoholgehalt (Kapitel 3.6).

¹ Sollte der Destillatablaufschauch mit Wannenwasser in Berührung kommen, ist – um Oberflächenspannungsverfälschungen zu vermeiden – das starre Kunststoffende innen und außen mit destilliertem Wasser abzuspritzen. Berührung mit Hand/Finger vermeiden! Bei anschließender Destillation braucht das Kunststoffende nicht abgetrocknet zu werden!

3.4 Scheinbarer Alkoholgehalt von Sekt und Schaumwein

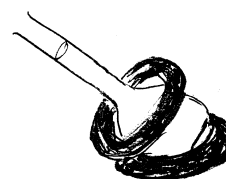
- Ca. 150 ml Sekt oder Schaumwein füllt man in ein 2 bis 3fach größeres, verschließbares Gefäß (z.B. Kunststoffschraubflasche), verschließt und schüttelt zum Aufschäumen. Sobald ohne Schaumaustritt möglich, läßt man den Druck vorsichtig ab, verschließt wieder und wiederholt dies, bis kein Überdruck mehr entsteht. Das Entkohlensäuern kann noch verbessert werden, wenn der Sekt nach dem Schütteln durch einen feinen Papierfilter fließt.
- Direkt aus dem Kühlschrank entnommener Sekt/Schaumwein gibt nur schwer die Kohlensäure ab. Wenn aber nicht genügend entkohlensäuert wird, fällt die Dichte des Sekts zu hoch aus: Die Analyse wird fehlerhaft. Man sollte deshalb den Sekt auf 17 - 20 °C erwärmen und erst dann entkohlensäuern.
- Sekt/Schaumwein in saubere, trockene Probenflasche (250 ml) geben. Flasche verschließen.
- Saubere Spritzflasche mit destilliertem oder enthärtetem Wasser füllen und verschließen.
- Sekt/Schaumwein und destilliertes Wasser 10 – 20 Minuten in der Wanne auf ca. 20 °C (+/- 3 °C) temperieren.

100 ml Sekt oder Schaumwein in den Messkolben abmessen, zweckmäßigerweise mit der Vollpipette, die letzten Tropfen mit der Kunststoffpipette. Darauf achten, dass sich keine Luftblasen im Messkolben befinden, und dass das Gefäß genau bis zum Justierstrich gefüllt ist. Ausführungen in Abschnitt 2.2 „Kübler destillative Analysensysteme 3“ beachten! War der Messkolben noch spülfeucht, diesen zuvor mit etwas von derselben Probe ausspülen.



- Rote Verschlusskappe des Destilliergefäßes abschrauben.
- Sekt oder Schaumwein in das Destilliergefäß geben. Messkolben mit ca. 5 ml destilliertem Wasser (2 vollgefüllte Kunststoffpipetten) spülen und Spülwasser in das Destilliergefäß geben.
- Einige Tropfen Entschäumer und einen halbvoll gestrichenen Meßlöffel Calciumhydroxid zugeben.
- Ca. 5 ml destilliertes Wasser (entspricht 2 vollen Kunststoffpipetten) in den Messkolben geben und – bleiringbeschwert - unter den Destillatablauf ins Wasserbad stellen. Der Messkolben soll ca. 45 ° gegen das Autodest 10 geneigt sein. Er ist auf einen auf dem Wannenboden liegenden Bleiring zu stellen (vgl. nebenstehende Zeichnung).
- Destillatablaufschlauch hineinstecken. Das starre Endes Schlauches muss unterhalb der Oberfläche des eingefüllten Wassers in der „Ecke“ sein.
- Rote Kunststoffkappe fest auf das Gewinde des Destilliergefäßes schrauben.
- Destillation starten, und zwar mit 100 % Dampfleistung.
- Destillieren, bis etwa 99 ml Destillat in den Messkolben übergegangen sind (wenn der Messkolben halbvoll ist, kann er senkrecht gestellt werden).
- Destillation des AUTODEST 10 beenden (sofern nicht im Automatikbetrieb gearbeitet wird).
- Rote Kunststoffkappe am Destilliergefäß aufdrehen. Bedenken Sie, dass bei Belüftung der Glasarmaturen noch eine geringe Wassermenge, die sich im Kühler befindet, in den Messkolben fließt.
- Destillatablaufschlauch aus dem Messkolben ziehen; über den Wannenrand legen, nicht in das Wannenwasser.²
- 100-ml-Messkolben mit dem Destillat mit mitgeliefertem Stopfen verschließen; durch kreisförmige Bewegungen vorsichtig mischen; mittels Kunststoffpipette mit in der Wanne temperiertem, destilliertem Wasser (zur Not auch Kühlwasser) bis genau zur Marke auffüllen.
- Ablasshahn des Destilliergefäßes öffnen und den Extrakt in untergestelltem Messbecher auffangen.
- Die Temperatur des aufgefüllten Destillats im Kolben kann innerhalb ± 3 °C von der Ausgangstemperatur der 100 ml-Probe (vor der Destillation) liegen (siehe Schwimmthermometer). Erforderlichenfalls Messkolben mit Destillat im Wasserbad bis zur Temperaturangleichung belassen.
- Der Inhalt des Messkolbens wird nun in den t r o c k e n e n , kardanisch aufgehängten sauberen Glaszylinder gefüllt und mit einem trockenen sauberen Alkoholometer der scheinbare Alkoholgehalt gemessen (vgl. Absatz 2.3 in "Kübler destillative Analysensysteme 3").
- Man liest sofort auch die Temperatur am eingebauten Thermometer ab.

Die Werte für Temperatur und Alkoholometeranzeige werden notiert. Bestimmen Sie dann den wahren Alkoholgehalt (Kapitel 3.6).



² Sollte der Destillatablaufschlauch mit Wannenwasser in Berührung kommen, ist – um Oberflächenspannungsverfälschungen zu vermeiden – das starre Kunststoffende innen und außen mit destilliertem Wasser abzuspritzen. Berührung mit Hand/Finger vermeiden! Bei anschließender Destillation braucht das Kunststoffende nicht abgetrocknet zu werden!

3.5 Scheinbarer Alkoholgehalt bei Proben mit über 25 % vol

Der folgende Abschnitt beschreibt nur das Prinzip. Die Durchführung im einzelnen, wie Temperierung der Messgefäße, Auffüllen der Messgefäße etc., kann z.B. in „3.3 Scheinbarer Alkoholgehalt von Wein“ nachgelesen und sinngemäß angewendet werden.

Liegt der Alkoholgehalt der zu untersuchenden Probe über 25 % vol, dann sollte die Dampfleistung auf 50 % reduziert werden, damit der gesamte Alkohol überdestilliert wird .

Bei Proben mit mehr als 33 % vol ist selbst dann die Vollständigkeit nicht mehr gewährleistet. Deshalb ist eine Verdünnung erforderlich. Diese kann entweder so vorgenommen werden, dass die Probe vor dem Einsatz im Verhältnis 1 : 1 volumenmäßig (also 100 ml auf 200 ml) verdünnt wird und dann 100 ml destilliert werden oder dass man nur 50 ml Probe einsetzt und auf 100 ml destilliert.

Die dabei eintretende Volumenänderung braucht bei Proben mit etwa 30 bis 42 % vol nicht berücksichtigt zu werden, weil sie sehr gering ist und in der Größenordnung der Bestimmung liegt.

Bei höheren Gehalten über etwa 42 % vol sollte sie jedoch berücksichtigt werden.

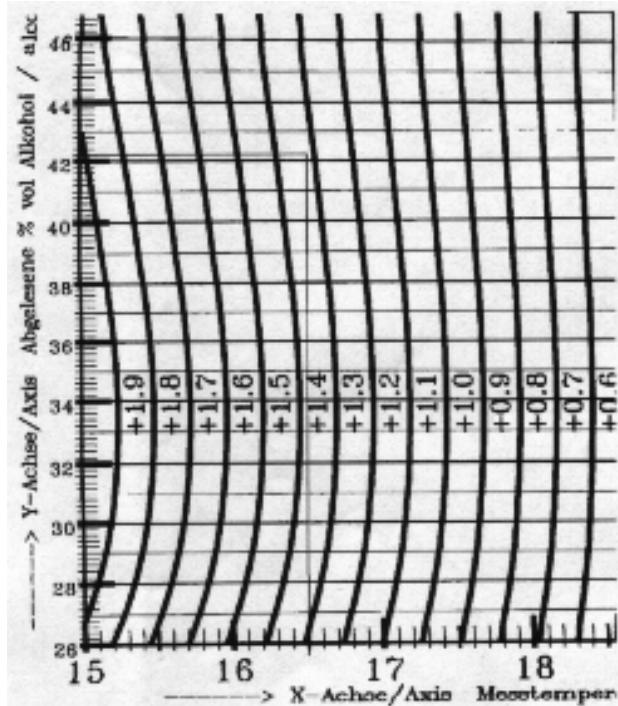
Näheres dazu auf Anfrage.

Beispiel: 100 ml Probe mit einem Alkoholgehalt von 45 % vol werden vor der Destillation durch Zugabe von 100 ml destilliertem Wasser verdünnt. Damit liegt der Alkoholgehalt etwa bei 22,5 % vol, so dass der Alkoholgehalt sicher unterhalb 25 % vol liegt. Da der Faktor der Volumenzunahme hier 2 beträgt, ist der aräometrisch gemessene Alkoholgehalt mit 2 zu multiplizieren.

Bei einem Alkoholgehalt bis etwa 33 % vol kann auf die Verdünnung verzichtet werden, wenn die Dampfleistung auf 50 % reduziert wird.

3.6 Wahrer Alkoholgehalt

Der am Alkoholometer abgelesene Wert für Alkohol ist der scheinbare Alkoholgehalt und muss prinzipiell korrigiert werden, weil ein Alkoholometer (Aräometer) für eine Messtemperatur von 20 °C justiert ist, die Messtemperatur aber selten 20 °C beträgt. Dazu wird die amtliche Alkoholtafel – oder besser eine der Tafeln 10 bis 15 von KÜBLER - verwendet.



Beispiel: Die aräometrische Ablesung lieferte 42,2 % vol Alkohol bei 16,5 °C. Der Temperaturkorrektionswert wird gefunden, indem man den mitgelieferten transparenten Ablesewinkel auf Tafel 13 derart anlegt, dass seine Seiten zu den Koordinatenachsen (X- bzw. Y-Achse) parallel ausgerichtet sind, wobei seine Seiten die X-Achse bei 16,5 °C bzw. die Y-Achse bei 42,2 % vol schneiden. Die Winkelecke des Ablesewinkels liegt in dem mit + 1,4 beschrifteten Bereich. Die wahre Stärke des Alkohols liegt demnach bei

$$42,2 \% \text{ vol} + 1,4 \% \text{ vol} = 43,6 \% \text{ vol.}$$

Durch Interpolation³ erhält man noch genauere Korrektionswerte; im obigen Beispiel +1,38 % vol.

Liegt die Winkelecke genau auf der Trennlinie zweier Bereiche, so ist der Mittelwert aus den Korrekturen beider Bereiche zu nehmen. Beispiel: Liegt der Ablesewinkel **auf** der Trennlinie der mit + 1,7 und + 1,8 bezeichneten Bereiche, so liegt die Korrektion bei + 1,75 % vol.

Erfahrungsgemäß ist bei der Wasserdampfdestillation einer Probe von bis zu 10 % Alkoholgehalt einschließlich der anschließenden Messung mit einem unvermeidbaren Verlust von ca. 0,03 % vol zu rechnen. Um ein möglichst genaues Ergebnis zu erhalten, wird empfohlen, diese 0,03 % zum Messergebnis zu addieren.

Bei Vorliegen eines Eichscheines kann – für höchst genaue Messungen – zusätzlich eine Eichschein-korrektur durchgeführt werden.

Zur Temperaturkorrektur kann auch das optional erhältliche PC-Programm der Fa. KÜBLER verwendet werden.

³Interpolation: Berechnung oder Abschätzung von Zwischenwerten.

4 Bestimmung des Extraktgehalts von Wein

Die Bestimmung des Extraktgehaltes von Sekt bzw. Schaumwein verläuft völlig analog wie bei Wein. Allerdings muss vor der Dichtebestimmung des Sekts dieser entkohlensäuert werden. Dieser Vorgang ist im Kapitel „3.4 Scheinbarer Alkoholgehalt von Sekt und Schaumwein“ beschrieben.

Direkt aus dem Kühlschrank entnommener Sekt gibt nur schwer die Kohlensäure ab. Wenn aber nicht genügend entkohlensäuert wird, fällt die Dichte des Sekts zu hoch aus: Die Analyse wird fehlerhaft. Man sollte deshalb den Sekt auf 17 - 20 °C erwärmen und erst dann entkohlensäuern.

Zur Extraktbestimmung des Weins benötigt man die Dichte des Weines und die Dichte seines Alkoholdestillats.

4.1 Dichte (20 °C) des Weines (ζ_w)

- Etwa 100 ml Wein (Temperatur zwischen 15 und 25°C) in den sauberen, innen trockenen (oder mit dem gleichen Wein vorgespülten) kardanisch aufgehängten Glaszylinder gießen.
- Mit speziellem trockenem sauberen KÜBLER-Thermo-Aräometer die Weindichte messen und die Messtemperatur ablesen (Ausführungen in Abschn. 2.3 in "Kübler destillative Analysensysteme - allgemeiner Teil" beachten).
- Anhand der beiden Werte ermittelt man aus der TAFEL 2 die Korrektur der gemessenen Dichte und erhält ζ_w (vorgehen analog 3.6).

Der gemessene Wein kann anschließend zur Alkoholbestimmung (Destillation) verwendet werden.

4.2 Dichte (20 °C) des Alkoholdestillats (ζ_a)

Die Dichte ζ_a des Alkoholdestillats wird nach der Bestimmung des Alkoholgehaltes aus der TAFEL 3 abgelesen (vorgehen analog 3.6, vorige Seite).

4.3 Extrakt

Aus den festgestellten Werten ζ_w und ζ_a ergibt sich durch Einsetzen dieser Werte in die Formel von TABARIE (s. unten) die „Dichte des aufgefüllten Destillationsrückstands“ ζ_r .

Aus TAFEL 4 findet man den zu ζ_r gehörenden Extraktgehalt in Gramm pro Liter (g/l).

Beispiel:

- a) Die Bestimmung der Dichte des Weines habe bei 22,5°C den Wert 1.0135 g/ml ergeben.
In TAFEL 2 legt man den Winkel, wie angezeigt, an:
Senkrecht über 22,5°C und waagrecht auf 1,0135 g/ml liegt die Rechtwinkel-Ecke im Bereich des Korrekturwerts

3.u. 4. Dezimale = +07;

somit ist

$$\zeta_w = 1,0135 \text{ g/ml} + 0,0007 \text{ g/ml} = 1,0142 \text{ g/ml.}$$

- b) Der wahre Alkoholgehalt sei 10,75 % vol. Aus TAFEL 3 (von 10,75 nach oben, dann nach links bis Kurve „% vol“) ergibt sich der Wert

$$\zeta_a = 0,9838 \text{ g/ml}$$

- c) Nach TABARIE gilt:

$$\begin{aligned} \zeta_r &= \zeta_w && - \zeta_a + 0,9982 \text{ g/ml;}^1 \\ \zeta_r &= 1,0142 \text{ g/ml} && - 0,9838 \text{ g/ml} + 0,9982 \text{ g/ml;} \\ \zeta_r &= 1,0286 \text{ g/ml.} \end{aligned}$$

- d) Nach TAFEL 4 entspricht diese „Dichte des aufgefüllten Destillationsrückstandes“ ζ_r (= 1,0286 g/ml) einem Extrakt von 79,10 g/l.

Zur Dokumentation und zur Erleichterung der Auswertung können die Messergebnisse in Kopien des Messdatenblattes „Wein“ eingetragen werden.

5 Bestimmung der flüchtigen Säuren

5 ml des zu untersuchenden Weines sowie eine Spatelspitze Wein- oder Zitronensäure und 2,5 ml 0,03%ige H_2O_2 (0,1 ml 30%iges H_2O_2 mit 100 ml H_2O verdünnen) werden durch den Einfüllstutzen in das Destilliergefäß gegeben. Anschließend wird die Kappe des Einfüllstutzens fest verschraubt und mit 100%iger Dampfleistung etwa 150 ml abdestilliert.

Das Destillat wird – zur Entfernung von CO_2 – bis zum Kochpunkt erhitzt und nach dem Abkühlen werden 2-3 Tropfen einer alkoholischen Lösung von 1 % Phenolphthalein (1 g in 100 ml Alkohol lösen) zugesetzt und mit 0,02 n Lauge bis zur beginnenden Rotfärbung titriert.

1 ml 0,02 n Lauge² entsprechen 1,2 mg Essigsäure und somit bei 5 ml Wein 0,24 g/l Flüchtige Säure.

$$\begin{aligned} \text{Flüchtige Säure in g/l} &= n \times 0,24, \\ n &= \text{verbrauchte ml 0,02 n Lauge.} \end{aligned}$$

6 Ergebnisliste

Änderungen vorbehalten!

¹ Die hier angegebene Formel nach Tabarié ist etwas modifiziert worden, um eine einfachere Berechnung zu ermöglichen und die aufwendigen Umformungen zu ersparen.

Bei der Dichte von Wein und Alkohol wurde anstatt der relativen die absolute Dichte verwendet. Da die Abweichung aber bei beiden Werten gleich hoch im Betrag ist, hebt sie sich bei der Subtraktion vollständig auf.

Da in der Tabelle 4 die Dichte nicht in relativer, sondern in absoluter Dichte angegeben ist, erfolgt die notwendige Korrektur durch Ersetzen der Zahl 1,0000 durch 0,9982.

² Eine 0,02 n Lauge ist nicht lange stabil. Sie sollte deshalb etwa jeden Monat durch Verdünnen von 0,1 n Lauge im Verhältnis 1:5 (20 ml auf 100 ml) frisch angesetzt werden.