

Wir begleiten  
Ihre erfolgreiche  
Getränkeherstellung

**SCHLISSMANN  
SCHWÄBISCH HALL**



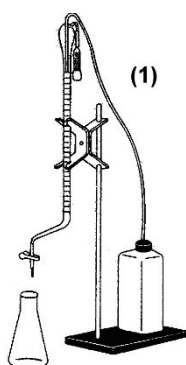
Tel. 07 91 - 9 71 91-0 • Fax 9 71 91-25  
C. Schliessmann Kellerei-Chemie GmbH & Co.KG  
Auwiesenstr. 5 • D-74523 Schwäbisch Hall

Getränkeanalytik

## Hinweise zu den Arbeitsmitteln für die Analysenmethoden nach Dr. REBELEIN

Stand 09\_2010

Seite 1/4



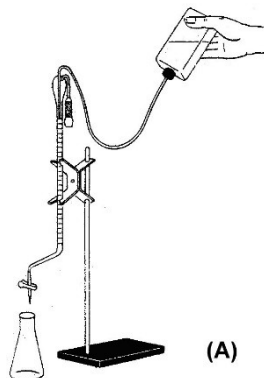
(1)

### (1) AUTOMATIKUS-Büretten:

TTS (mit Titrierkugel, Titrierklammer, Siliconschlauch, Teflonspitze) TTG (wie vorher, jedoch Gummischlauch statt Siliconschlauch) werden geliefert für:

10 : 0,1 ml mit 10 mm äußerer Ø	20 : 0,1 ml mit 10 mm äußerer Ø
25 : 0,1 ml mit 12 mm äußerer Ø	50 : 0,1 ml mit 14 mm äußerer Ø

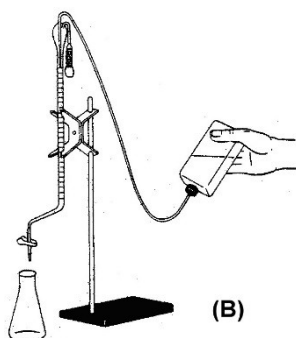
Die Reaktionslösungen werden aus den Vorratsflaschen (am besten 500 ml Poly-Flaschen) in die Büretten durch Falldruck (A) oder durch Zusammendrücken der Flasche bei nach unten gerichteter Mündung (B) eingefüllt. Sobald die emporsteigende Flüssigkeit die oberste Marke erreicht hat, Flasche absetzen. Die oberhalb der Nullmarke befindliche Flüssigkeit fließt selbsttätig in die Vorratsflasche zurück, und der Meniskus stellt sich selbsttätig auf die Nullmarke ein. Man kontrolliere nach jeder Bürettenauffüllung die Qualität der Nullpunkteinstellung!



Bürettenfüllung so  
(Falldruck)

Die automatische Füllung der Büretten im geschlossenen System schützt die Lösungen und erleichtert die Arbeit. Es gibt keine Standflaschen-Reinigungsprobleme. Nach Entleerung einer Vorratsflasche wird einfach die nächste Flasche mit frischer Lösung an die Bürette angeschlossen.

Vor Auffüllen der Büretten sind die Vorratsflaschen kurz umzuschütteln. Warum? Bedingt durch Temperaturunterschiede bildet sich bei jeder in einer geschlossenen Flasche aufbewahrten Flüssigkeit an den nicht von der Flüssigkeit bedeckten Wandungen bei längerem Stehen Kondenswasser. Würde dieses Kondenswasser nicht vor jeder Entnahme wieder mit der Lösung vermischt, ergäbe sich eine geringfügige Titrieränderung.



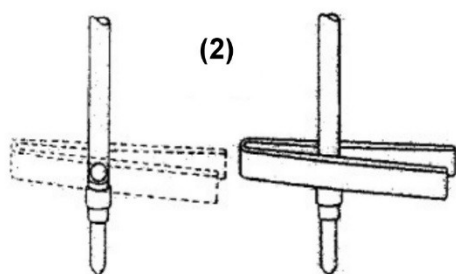
oder so (Fingerdruck)

Automatische Büretten sollen nach jeder Titration gleich wieder bis zur Nullmarke aufgefüllt werden. Es wird dadurch das Auskristallisieren von Salzen nach Verdunstung des Benetzungsfilms an der Innenwandung der Büretten und damit eine Beeinträchtigung der Titrergenauigkeit durch das Auflösen dieser Salze bei späterer Bürettenauffüllung verhindert.

Sobald Tröpfchenbildung an den Innenflächen der Bürette (ungleichmäßige Benetzung) beobachtet wird, ist gründliche Innenreinigung nötig. Man bediene sich der im Handel befindlichen Reinigungsmittel für Laborgeräte und richte sich nach den Arbeitsanleitungen der Hersteller.

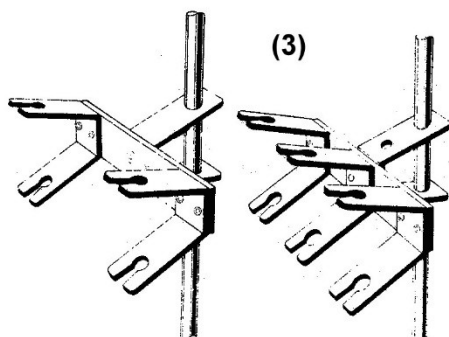
Am vorteilhaftesten wird die Reinigungslösung aus einer an die Verbindungsleitung zur Bürette angeschraubten 500 ml Poly-Flasche eingebracht. Analog wird mit destilliertem Wasser nachgespült.

Die Titrationsbüretten bei der Zucker- und Alkoholbestimmung haben eine Einteilung 0 - 30 g Zucker bzw. 0 - 120 g Alkohol (der Meniskus der Vorlagelösungen muss vor der Titration genau auf der Strichmarke 30 g Zucker bzw. 120 g Alkohol sitzen!), jedoch nur einen Ablesebereich 0 - 28 g Zucker bzw. 0 - 110 g Alkohol. Warum? Die Oxidationslösungen haben zwar eine Kapazität von 30 g Zucker/l bzw. 120 g/l Alkohol, da aber eine chemische Reaktion von der Konzentration ihrer Teilnehmer abhängt und die Konzentrationsverhältnisse umso ungünstiger werden, je mehr man sich der Grenze des Reaktionsbereiches nähert, ist der Reaktionsablauf im Grenzbereich langsamer als sonst. Zur Ausschaltung von Unsicherheitsmomenten (ziehende Reaktion) werden die Grenzbereiche bei der Zucker- und Alkoholbestimmung nicht ausgewertet, sondern die Auswertung endet bei 28 g Zucker/l bzw. 110 g/l Alkohol, bei Werten also, die unter den üblichen genormten Verfahrensbedingungen sicher sind. Getränke mit höheren Zucker- und Alkoholgehalten werden verdünnt (siehe Arbeitsanleitungen).



### (2) Titrierkugel-Titrierklammer-Bürettenventil:

Dieses leicht auswechselbare Ventil besteht aus einem Schlauchstück mit Teflon-Auslaufspitze, der Titrierkugel im Innern des Schlauches und der in Höhe der Titrierkugel außen um den Schlauch gelegten Titrierklammer. Durch Zusammendrücken der Klammerbacken erweitert sich der die Titrierkugel einschließende Schlauch nach den druckfreien Seiten hin, und die in der Bürette befindliche Flüssigkeit kann über die Durchflussschleuse austreten. Grob- und Feindosierung sind auch für den Ungeübten unproblematisch.



### (3) Automatik-Bürettenhalter:

werden für Stativstäbe mit 12 mm Ø (Zahl nach dem Schrägstrich) einfach (für 1 Bürette), zweifach (für 2 Büretten), dreifach (für 3 Büretten) geliefert:

einfach	10/12	12/12	14/12
zweifach	10-10/12	12-12/12	14-14/12
dreifach	10-10-10/12	12-12-12/12	14-14-14/12

Die Zahlen vor dem Schrägstrich nennen den Büretten-Ø in mm. Lieferbar sind auch beliebige Kombinationen von 10 mm - 12 mm - 14 mm für 2 oder 3 Büretten, allerdings grundsätzlich für Stativstäbe mit 12 mm Ø.

Montage: Stativstab- bzw. Bürettenhalter leicht zusammendrücken, Stativstab von unten in die ungeschlitzten Löcher des Stativstabhalters, Bürette von oben in die geschlitzten Löcher des Bürettenhalters einschieben. Zur Bürettenverstellung wird mit der einen Hand der Bürettenhalter leicht zusammengedrückt und mit der anderen Hand die Bürette um das notwendige Maß auf- oder abwärts bewegt. Die Höhenverstellung am Stativ erfolgt nach Zusammendrücken des Stativstabhalters mit einer Hand.

### Stoppuhr:

Die Digitalstoppuhr gibt ein akustisches Signal nach Ablauf der eingestellten Zeitdauer. Sie hat drei Tasten, die mit folgenden Funktionen belegt sind:

- „min“ und „sec“ zur Einstellung der gewünschten Zeitdauer
- „start/stop“, um das Rückwärtszählen zu beginnen bzw. das Tonsignal abzuschalten

Um die eingestellte Zeitdauer auf 0 zurückzustellen, sind die Tasten „min“ und „sec“ gleichzeitig zu drücken.



**(4)-(6) Dosierzylinder:**

- (4) Glas-Dosierzylinder 2 ml - 5 ml - 10 ml - 12 ml und  
 (6) Poly-Dosierzylinder 10 ml mit Zwischenmarke 5 ml

sind für die approximative Abmessung gleicher Volumina aus 500 ml und 1000 ml Poly-Flaschen bestimmt.

Die Dosierzylinder für die Reaktionslösungen sind so montiert, dass nach dem Aufschrauben auf die Reagenzienflaschen der Polyethylen-Schlauch bis zum Flaschenboden reicht.

Durch Zusammendrücken der Vorratsflasche wird die Flüssigkeit in den Dosierzylinder eingebracht, bis der Spiegel geringfügig über der Flüssigkeitsaustrittsöffnung des Steigrohrs liegt. Die oberhalb der Öffnung befindliche Flüssigkeit fließt bei Druckentlastung spontan in die Flasche zurück, das im Dosierzylinder verbleibende Nennvolumen wird für die in der jeweiligen Analysenschrift vorgesehene Zugabe verwendet (5).

4-eckige Flaschen werden zum Ausgießen der Dosierzylinder am besten an gegenüberliegenden Ecken angefasst.

Verschlussstopfen bzw. Verschlusskappen schützen den Dosierzylinder-raum vor Verschmutzung und sind vor Benutzung des Dosierzylinders abzunehmen und nach Gebrauch wieder aufzusetzen.

Aggressive Flüssigkeiten lassen sich zur Vermeidung von Spritzern beim Zusammendrücken der Flasche auch mit lose aufgesetzter Verschlusskappe einfüllen.

Mit den Dosierzylindern kann das ein- oder mehrfache Volumen abgemessen werden. Ist z.B. die approximative Zugabe von 20 ml einer Flüssigkeit erforderlich, wird der 10 ml Dosierzylinder zweimal aufgefüllt und ausgekippt.

Der Poly-Dosierzylinder ermöglicht die Abmessung in 5 ml-Stufen. Ist beispielsweise die approximative Zugabe von 25 ml einer Flüssigkeit erforderlich, wird zweimal bis zur Marke 10 ml und einmal bis zur Marke 5 ml eingefüllt.

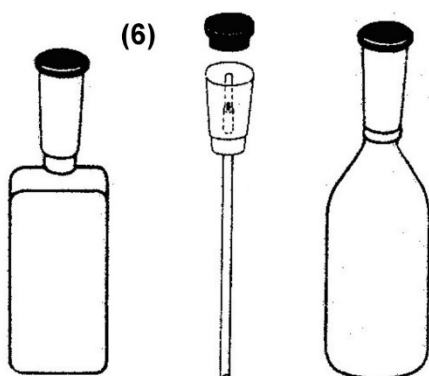
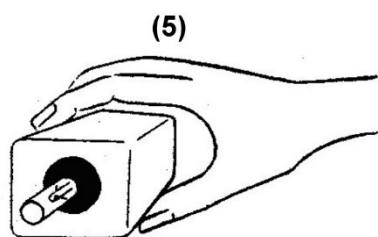
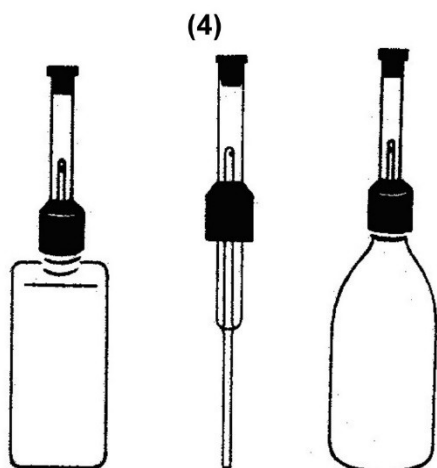
Die Dosierzylinder sind von Zeit zu Zeit gründlich zu reinigen. Nach einer Reinigung Dosierzylinder nur im trockenen Zustand in die Reagenzienflaschen einsetzen.

**Laborglas:**

Laborglas verlangt sorgfältige Pflege. Zur Reinigung wird Laborglas-Spezialreiniger verwendet (Reinigungsanleitungen beachten). Besonders wichtig ist der einwandfreie Zustand der Büretten, Pipetten und Messkolben. Das Aufreißen des gleichmäßigen Benetzungsfilms und beginnende Tropfenbildung an den Innenflächen von Büretten zeigen die Notwendigkeit einer Reinigung an.

**Infrarot-Labor-Heizgerät:**

Zur Gewährleistung standardisierter Heizleistungen ist vor der Benutzung eine Aufheizphase von ca. 5 Minuten einzuhalten. Das Infrarot-Labor-Heizgerät ist völlig wartungsfrei.



## Entsorgung der REBELEIN-Reagenzien

nach Dr. R. Miltenberger

### 1. Rezeptur für die Chromausfällung nach der Alkohol-Untersuchung:

- Austitrierte Alkohollösungen die bei der Alkoholbestimmung nach REBELEIN anfallen sammeln;
- In 1 Liter austitrierte Lösung ca. 200 ml Natronlauge (32%ig) portionsweise (jeweils 50 ml) vorsichtig zugeben (Schutzbrille!);
- Durch tüpfeln auf Lackmuspapier oder Einsatz eines pH-Meters den pH-Wert prüfen, der bei pH 7 - 8 liegen sollte;
- Farbänderung von Dunkelblau über Türkis bis zu hellem Blaugrau beobachten. Wobei ein voluminöser Niederschlag von  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  entsteht;
- Niederschlag über Nacht absitzen lassen;
- Niederschlag über groben Filter abfiltrieren, wobei das Filtrat klar ablaufen muss;
- **Kontrolle auf Chrom** im Filtrat durch Zusatz von einigen Tropfen Wasserstoffperoxid zu einer Filtratprobe in einem Reagenzglas:  
Kräftiges Gelb = Chromat vorhanden  
Leicht hellgelb = kein Chromat vorhanden
- Filtrat, sofern vorhanden mit Filtrat der Zuckerbestimmung nach REBELEIN im Verhältnis 3:1 mischen (pH-Wert nahezu neutral) und verwerfen;
- Filterpapier mit blaugrauem Chromhydroxidrückstand im Trockenschrank sammeln und dem Sondermüll zuführen.

#### Chemikalien:

Natriumhydroxidlösung 32 % reinst, Merck Nr. 5587  
Wasserstoffperoxid 30 %, reinst  
Lackmuspapier blau, Merck Nr. 9486  
Filter, Nr. 617 ¼, Ø 150 mm, Macherey-Nagel

### 2. Rezeptur für die Kupferausfällung nach der Zucker-Untersuchung:

- Austitrierte Zuckerlösungen, die bei der Zuckerbestimmung nach REBELEIN anfallen sammeln;
- 1 Liter der gesammelten Lösungen mit 20 ml Salzsäure und 0,5 g Thioacetamid versetzen (Schutzbrille!);
- Ansatz im Abzug zum Sieden erhitzen und danach abkühlen lassen;
- Farbänderung von Lilablau über Weiß (nach Zusatz von Thioacetamid) bis Schwarz (nach dem Kochen) beobachten;
- Niederschlag über Nacht absitzen lassen und dann über Faltenfilter abfiltrieren. Filtrat muss klar sein, eine leichte Gelbfärbung ist möglich;
- **Kontrolle auf Kupfer** im Filtrat durch Zugabe von einigen Tropfen Ammoniak zur Filtratprobe im Reagenzglas:  
Dunkelblaue Färbung = Kupfer im Filtrat  
Andere Färbung = kein Kupfer vorhanden
- Filterpapier mit schwarzem Kupfersulfid trocknen (evtl. im Trockenschrank), sammeln und dem Sondermüll zuführen.
- Filtrat, sofern vorhanden, mit dem Filtrat der Alkoholbestimmung (nach Chromatfällung) im Verhältnis 1:3 mischen und danach verwerfen.

#### Chemikalien:

Salzsäure 32 % reinst, Merck Nr. 313  
Thioacetamid p.A., Merck Nr. 8170  
Ammoniak 25 %, reinst, Merck Nr. 5422  
Filter Nr. 615 ¼, Ø 150 mm, Macherey-Nagel