

# Charakterisierung von Wein

Terminabsprache: Dr. Martin Ludwig

Ort: Raum 264 (TA)

Tel.: 0341 97-36222 oder 36078

e-mail: ludwig@chemie.uni-leipzig.de

## 1 Einleitung und Aufgabenstellung

Das große Aufgabengebiet der Lebensmittelanalytik beinhaltet die qualitative und quantitative Erfassung von Lebensmittelinhaltsstoffen. Dabei werden gesetzlich festgelegte Kontrollen mit dem Ziel der Einhaltung von Qualitätskriterien und Grenzwerten durchgeführt.

Neben den primären Lebensmittelbestandteilen (Nährstoffe: Kohlenhydrate, Fette, Proteine, Wasser, Mineralstoffe, Vitamine; Begleitstoffe: Enzyme, Farbstoffe, Gerbstoffe) sind die sekundären Lebensmittelinhaltsstoffe von besonderem Interesse. Hierbei handelt es sich um Zusatzstoffe (Konservierungsmittel, Antioxidantien, Emulgatoren, Stabilisierungsmittel, Gewürze), Verunreinigungen (Rückstände aus Pflanzenschutz- und Tierarzneimitteln, Hormone, Toxine, Desinfektions- und Lösungsmittel, Verpackungshilfsstoffe) und Umsatzprodukte (Oxidations-, Polymerisations-, Abbauprodukte).

Auch jeder Qualitätswein ist einer obligatorischen Qualitätskontrolle zu unterziehen, wobei eine Vielzahl amtlich vorgeschriebener Verfahren eingesetzt wird. In den meisten Fällen handelt es sich um photometrische Bestimmungen, so daß die Photometrie den methodischen Schwerpunkt des Praktikumsversuchs zur Charakterisierung von Wein darstellt.

Im Rahmen des Praktikums werden Sie das Prinzip der photometrischen Meßmethode zur Charakterisierung der Farbe des Weines und zur Bestimmung der Gehalte an Acetaldehyd, Weinsäure und Kupfer anwenden. Dabei nutzen Sie die Applikationsvorschriften GA 16-20. Weinproben werden Ihnen zur Verfügung gestellt. Die Untersuchung mitgebrachter Weine ist ebenfalls möglich.

## 2 Photometrie – Theoretische Grundlagen

Photometrische Methoden besitzen einen sehr breiten Anwendungsbereich und können sowohl auf dem Gebiet der anorganischen Analytik (z.B. Wasseranalyse, Umweltanalytik) als auch im Bereich der organischen Analytik eingesetzt werden. Sie spielen vor allem bei der Lösung biochemischer und medizinisch-klinischer Analysenprobleme eine große Rolle. In der klinischen Chemie wird der Hauptteil der quantitativen Messungen photometrisch durchgeführt (z.B. Glutamat-Oxalacetat-Transaminase-Test zur Leberdiagnostik, enzymatische Bestimmung der Blutalkoholkonzentration).

Durchflußphotometer sind nahezu universell einsetzbar und deshalb häufiger Bestandteil von Analysenautomaten. UV/VIS-Geräte haben sich zudem als Detektoren für verschiedene Trennverfahren (HPLC, CE) etabliert. Als Routinemethode wird die Konzentrationsbestimmung mittels Photometrie auch häufig in der Produktionskontrolle (Prozeßanalytik) eingesetzt und findet natürlich bei Untersuchungen an Farbstoffen (Ausbleichen von Farben, Verfärbung von getönten Scheiben, Photostabilität und Verwitterung von Lacken) Anwendung.

Bei der Wechselwirkung von elektromagnetischer Strahlung und Materie kommt es zu verschiedenen Effekten. Stoffe können die auftreffende elektromagnetische Strahlung absorbieren oder reflektieren bzw. die absorbierte Strahlung wieder emittieren.

Im sichtbaren Spektralbereich (380 - 780 nm) kann das menschliche Auge diese Effekte wahrnehmen, d.h. der Stoff erscheint dem Betrachter als „farbig“. Dabei sieht das Auge nur die Komplementärfarbe des absorbierenden Stoffes, d.h. den Anteil der Strahlung, der reflektiert und nicht absorbiert wird. In der folgenden Tabelle sind die Eigenfarbe eines Stoffes (gegeben durch sein Absorptionsspektrum), seine Komplementärfarbe (die das Auge wahrnimmt) und die entsprechenden Wellenlängenbereiche zusammengestellt.

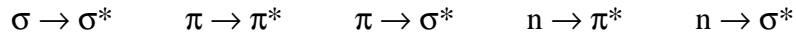
<b>Wellenlänge [nm]</b>	<b>Farbe</b>	<b>Komplementärfarbe</b>
400 - 440	violett	gelb / grün
440 - 480	blau	gelb
480 - 490	grün / blau	orange
490 - 500	blau / grün	rot
500 - 560	grün	rot / violett
560 - 580	gelb / grün	violett
580 - 595	gelb	blau
595 - 610	orange	grün / blau
610 - 680	rot	blau / grün
680 - 750	rot / violett	grün

Bei Absorptionsmessungen wird Licht durch eine Probe gestrahlt. Aus dem Vergleich der Intensität des einfallenden Lichtstrahls und des aus der Probe austretenden Lichtes (Intensitätsverminderung durch Absorption) in Abhängigkeit von der Frequenz können Schlußfolgerungen über die Struktur und die Menge der untersuchten Substanz gezogen werden.

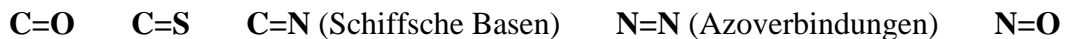
Aus dem Absorptionsspektrum eines Moleküls werden also sowohl qualitative als auch quantitative Aussagen erhalten. Dabei hängt die Form und der Wellenlängenbereich des Absorptionsspektrums von der Elektronendichteverteilung, den Atomen, die das Molekül bilden, ihrer Bindungsart und von der Molekülstruktur der untersuchten Substanz ab. Diese Eigenschaften beeinflussen auch das Ausmaß der Absorption, wobei vor allem die relativen Elektronendichteverteilungen des elektronischen Grund- und Anregungszustandes eine entscheidende Rolle spielen.

Die Lichtabsorption im Bereich der ultravioletten und sichtbaren Strahlung (UV: 200 - 380 nm, VIS: 380 - 780 nm) resultiert aus Elektronenübergängen zwischen verschiedenen energetischen Zuständen im Molekül. Dabei ist die Strahlung so energiereich, daß Valenzelektronen angeregt werden.

Im elektronischen Grundzustand besetzen die Elektronen paarweise (mit entgegengesetztem Spin) die niedrigsten Energieniveaus. Durch Absorption entsprechender Lichtquanten ( $\Delta E = E_2 - E_1 = h \cdot \nu$ ) können sie aus bindenden ( $\sigma$ ,  $\pi$ ) oder nichtbindenden ( $n$ ) in antibindende ( $\sigma^*$ ,  $\pi^*$ ) Zustände übergehen. Damit ergeben sich folgende Übergangsmöglichkeiten:



Da ein Molekül sowohl im Grund- als auch in elektronischen Anregungszuständen Schwingungen ausführt, wird nicht nur eine Absorptionswellenlänge, sondern ein Absorptionsbereich (Absorptionsbande) beobachtet. Die Übergänge  $\pi \rightarrow \pi^*$  und  $n \rightarrow \pi^*$  werden mit Licht geringerer Energie angeregt, so daß Substanzen mit heteronuklearen Doppelbindungen und/oder konjugierten  $\pi$ -Bindungen Absorptionsbanden bei größeren Wellenlängen (z.T. im VIS-Bereich) aufweisen. Chromophore Gruppen (Farbträger) sind z.B.:



Damit erstreckt sich die Anwendbarkeit der UV/VIS-Spektroskopie im organischen Bereich auf Aromaten, Polyene und Verbindungen mit Heteroatomen. Anorganische Substanzen absorbieren dann ultraviolettes und sichtbares Licht, wenn die Elektronen nur leicht gebunden oder delokalisiert sind. Das ist bei Metallen (Valenzband), Verbindungen mit Bindungstypübergang (Atome des gleichen Elements liegen in mehreren Oxidationsstufen in der Substanz vor) und Verbindungen mit Übergangsmetallen (d-d-Übergänge, charge-transfer-Übergänge) der Fall.

Im Gegensatz zur Spektroskopie haben photometrisch durchgeführte Untersuchungen nur ein quantitatives Ziel. In der Photometrie wird die Wellenlänge des Lichts während der Messung nicht variiert. Die Auswahl der Meßwellenlänge erfolgt so, daß die Empfindlichkeit für die betreffende Substanz optimal ist (Maximum der Absorption). Zur Erfassung der Lichtabsorption im gesamten durchstrahlten Volumen der Probe werden die Intensität des einfallenden Lichtstrahls  $I_0$  und die Intensität des austretenden Lichts  $I$  gemessen. Folgende Größen, die die Lichtabsorption charakterisieren, können bestimmt werden:

$$1 - I / I_0 = A \quad (\text{Absorption, Absorbanz, Absorptionsvermögen})$$

$$I / I_0 = T \quad (\text{Transmission, Transparenz, Durchlässigkeit})$$

$$\lg(I_0 / I) = -\lg T = E \quad (\text{Extinktion})$$

Besonders vorteilhaft ist die Nutzung der Extinktion  $E$ , da es sich um eine zur Konzentration der absorbierenden Probe direkt proportionale Größe handelt:

$$E = \epsilon \cdot d \cdot c \quad (\text{LAMBERT-BEERsches Gesetz, } \epsilon \dots \text{molarer Extinktionskoeffizient [L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}], d \dots \text{Schichtdicke [cm], } c \dots \text{Konzentration [mol} \cdot \text{L}^{-1}])$$

Der Extinktionskoeffizient  $\epsilon$  ist charakteristisch für jede Substanz und abhängig von der Wellenlänge des eingestrahnten Lichts. Bei höheren Konzentrationen und bei ungenügend monochromatischer Meßstrahlung sind Abweichungen vom LAMBERT-BEERschen Gesetz zu erwarten.

Häufig liegt die zu erfassende Substanz nicht in einer der photometrischen Messung zugänglichen, lichtabsorbierenden Form vor. Trotzdem lassen sich mit photometrischen Meßgeräten analytisch relevante Konzentrationen ermitteln, wenn die zu untersuchende Substanz durch eine geeignete chemische Reaktion in eine stark lichtabsorbierende, farbige Verbindung überführt werden kann. Die für diese Probenvorbereitung notwendigen Reagenzien, Maskierungsmittel, Puffer, Temperaturen, Reaktionszeiten u.a. sind so zu wählen, daß für die Messung eine stabile Verbindung zur Verfügung steht.

### **3 Photometrie – Apparative Grundlagen**

Ein Spektralphotometer besteht aus folgenden wesentlichen Bauelementen:

- Lichtquelle,
- Einrichtung zur Wellenlängenselektion,
- Probenraum (Küvette),
- Detektor,
- Anzeige, Bedienelemente zur Steuerung und Auswertung.

Als Lichtquellen werden je nach gewünschtem Wellenlängenbereich Wolfram-Lampen bzw. Wolfram-Halogen-Lampen (> 300 nm) oder Wasserstoff-Deuterium-Lampen (180 - 400 nm) verwendet. Zur Erzeugung monochromatischen Lichts dienen Filter, Interferenzfilter, Prismen oder Gitter. In der Küvette befindet sich entweder die Probenlösung oder die sogenannte „leere“ Lösung (Leerwert), die in der Regel nur das Lösungsmittel enthält. Als Detektoren werden Photozellen, Photomultiplier (Sekundärelektronenvervielfacher), Photoelemente oder Photodioden eingesetzt. Durch äußeren (Photozellen, Photomultiplier) oder inneren (Photoelemente, Photodioden) photoelektrischen Effekt wird ein Photostrom erzeugt, der proportional zur Lichtintensität ist.

Je nach der Art der Führung des Lichtstrahlenganges unterscheidet man Einstrahl- und Zweistrahlphotometer. Bei einem Einstrahlphotometer wird entweder die Leerwertküvette oder die Meßlösung durchstrahlt. Dabei werden absolute Lichtintensitäten gemessen. Dies hat allerdings den Nachteil, daß Schwankungen der Strahlungsintensität der Lampe, die Alterung der Lampe oder Photozelle, Netzschwankungen u.a. zu Fehlern bei der Messung führen können. Mit der Einführung der Referenzstrahltechnik wurden diese Störeinflüsse ausgeschaltet. Das Intensitätsverhältnis von Meßstrahl und Referenzstrahl (geht nicht durch die Küvette!) bleibt unabhängig von oben genannten Fehlerquellen konstant, so daß die Messung der Lichtintensitätsdifferenz zwischen Meß- und Referenzstrahlengang eine deutliche Verbesserung darstellt.

Bei einem Zweistrahlverfahren wird der primäre Lichtstrahl in zwei Strahlengänge aufgeteilt und geht abwechselnd durch die Probe und durch die Vergleichsküvette. Meistens wird der Strahlengang durch eine rotierende Scheibe mit Spiegel und zwei geschwärzten Segmenten geteilt. Damit fällt Licht wechselnder Intensität auf den Detektor und erzeugt ein Wechselspannungssignal. Diese Anordnung ist häufig in Spektrometern zur Aufnahme von Absorptionsspektren realisiert.

Sie werden das Spektralphotometer CADAS 100 der Firma Dr. Bruno Lange GmbH Berlin für die im Rahmen des Praktikums durchzuführenden Weinuntersuchungen nutzen. Dieses Gerät wurde für den Einsatz in der Routineanalytik entwickelt und besitzt mit einem

nutzbaren Spektralbereich von 200 - 900 nm größte Anwendungsbreite. Es handelt sich um ein mikroprozessorgesteuertes, scannendes Einstrahlphotometer mit Referenzstrahlengang, das auch die Aufnahme von Absorptionsspektren ermöglicht. Als Lichtquellen dienen eine Deuteriumlampe für den UV-Bereich und eine Halogenlampe für den VIS-Bereich. Die Wellenlängenselektion erfolgt durch einen Gittermonochromator und die Detektion durch Photoelemente.

## 4 Weinuntersuchungen – Durchführung und Auswertung

Nach ihrer chemischen Verwandtschaft und nach analytischen Gesichtspunkten teilt man die Weininhaltsstoffe in folgende Gruppen ein: Alkohole, Säuren, Kohlenhydrate, Gerbstoffe, Farbstoffe, Stickstoffverbindungen, Mineralstoffe (Asche) und Aromastoffe (Bukettsstoffe). Für die Güte eines Weines sind insbesondere der Gehalt an Ethanol, Extrakt (die bis 100°C nichtflüchtigen Inhaltsstoffe), Zucker, Glycerin, Säuren und Bukettsstoffen maßgebend.

Als Auswahl aus der Vielzahl der möglichen Bestimmungen werden Sie die Farbe des Weines (20) charakterisieren und den Gehalt an Acetaldehyd (17), Weinsäure (16) und Kupfer (19) ermitteln (Applikationsvorschriften GA 16-20).

### 4.1 Farbe von Rotwein

Die Weinfarbe ist ein wichtiges Beurteilungskriterium und steht in direktem Zusammenhang mit der Qualität des Rohmaterials, der Behandlungs- und der Lagerungsart. Von besonderem Interesse ist die Verfolgung der Farbentwicklung bei der Lagerung.

Zur Charakterisierung der Farbe von Rotwein wird die Farbintensität und die Farbnuance unterschieden:

**Farbintensität I** (Farbstärke) = Summe der Rot- und Braunkomponenten

**Farbnuance  $\alpha$**  (Farbton) = Verhältnis der Rot- und Braunkomponenten

Die Ermittlung der Farbintensität und der Farbnuance erfolgt durch Extinktionsmessungen bei 420 und 520 nm. Zur Beurteilung der Farbnuance  $\alpha$  gelten folgende Angaben:

0° - 51°	Rotweine
52° - 80°	purpurrote Weine
negativer Winkel	ziegelrote Weine

### Meßbedingungen

Wellenlänge: 420 nm und 520 nm

Leerwert: dest. H<sub>2</sub>O

Küvette: 1 cm Rechteckküvette

### Durchführung und Auswertung

Farbintensität: Summe der Extinktionen bei 420 nm und 520 nm bestimmen

$$I = E(420 \text{ nm}) + E(520 \text{ nm})$$

Angabe von I dimensionslos mit 2 Dezimalen

Farbnuance: Winkel zwischen der Verbindungslinie der Extinktionen bei 420 nm und 520 nm und der Abszisse ermitteln

$$\alpha = \arctan(a/b)$$

Festlegungen für a und b:

a = E(520 nm) - E(420 nm) in cm (0,1 Extinktionseinheiten = 1cm)

b = 10 cm (konstant)

## 4.2 Acetaldehyd

Acetaldehyd entsteht als Zwischenprodukt der alkoholischen Gärung und ist üblicherweise mit 40 - 50 mg/L im Wein enthalten. Um Acetaldehyd einer photometrischen Bestimmung zugänglich zu machen, muß eine Reaktion mit Piperidin und Nitroprussidnatrium erfolgen. Dabei entsteht eine farbige Verbindung (grün bis violett), deren Absorptionsmaximum bei 570 nm auftritt. Besitzt der zu untersuchende Wein bereits eine Eigenfarbe, muß Acetaldehyd entweder durch vorherige Destillation abgetrennt oder der Wein mit Aktivkohle entfärbt werden.

Für die Aufstellung einer SO<sub>2</sub>-Bilanz im Wein wird die Konzentration der „acetaldehydschwefligen Säure“ und damit des Acetaldehyds benötigt. Multipliziert man den ermittelten Acetaldehydgehalt [mg/L] mit dem Faktor 1,45, ergibt sich der Gehalt der an Acetaldehyd gebundenen schwefligen Säure [mg/L].

### Meßbedingungen

Wellenlänge: 570 nm

Leerwert: dest. H<sub>2</sub>O

Küvette: 1 cm Rechteckküvette

### Verwendete Lösungen und Reagenzien

Stammlösung: 1 g/L Acetaldehyd in dest. H<sub>2</sub>O

Lösung A: 0,4 g Nitroprussidnatrium p.a. (Na<sub>2</sub>[Fe(CN)<sub>5</sub>NO]·2H<sub>2</sub>O) in dest. H<sub>2</sub>O lösen, mit dest. H<sub>2</sub>O auf 100 mL auffüllen

Lösung B: 10 mL Piperidin p.a. (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>N) mit dest. H<sub>2</sub>O auf 100 mL auffüllen

Die Lösungen sind in braunen Flaschen ca. 2 Wochen haltbar.

### Durchführung und Auswertung

Die Bestimmung von Acetaldehyd wird nur in Weißwein durchgeführt!

#### a) Weinprobe

- 25 mL Probe in 200 mL Erlenmeyerkolben geben und ca. 2 g Aktivkohle zusetzen → umschwenken, 2 min stehen lassen → abfiltrieren
- 2 mL Filtrat unter Umschwenken mit 5 mL Lösung A und 5 mL Lösung B versetzen
- Probe sofort vermessen (innerhalb von 30 - 50 s), als Meßwert gilt das Maximum der Extinktion, das nach 30 - 50 s auftritt

## b) Kalibrierkurve

- aus Acetaldehyd-Stammlösung 5 Kalibrierlösungen herstellen, Festlegung der Konzentrationen der Kalibrierlösungen nach der Extinktionsmessung des zu bestimmenden Weines (z.B. 60 - 140 mg/L)
- Kalibrierlösungen sollen nach Herstellung 2 Stunden stehen, dann erfolgt Behandlung analog a)

## 4.3 Weinsäure

Die Weinsäure (Dihydroxybernsteinsäure) gehört zu den verbreitetsten organischen Säuren des Pflanzenreichs und findet sich frei oder an Kalium bzw. Calcium gebunden in vielen Blättern und Früchten. Sie kommt als rechtsdrehende Weinsäure in relativ großen Mengen in Trauben vor (ca. 40 % der Gesamtsäure, die verbleibenden 60 % sind Äpfelsäure) und scheidet sich bei der Weinbereitung und Weinlagerung als Kaliumhydrogentartrat bzw. Calciumtartrat ab. Aus den Tartraten und der an weinsäuren Salzen reichen Weinhefe (Absatz der Gärfässer) kann Weinsäure durch Umsatz mit Schwefelsäure gewonnen werden. Weinsäure findet in der Lebensmittelindustrie vielfältige Anwendung und dient z.B. als Säurekomponente in Backpulver, Süßwaren, Speiseeis, Limonaden und Obsterzeugnissen (Marmeladen).

Die Weinsäure- und die Äpfelsäurekonzentrationen im Wein spielen eine Rolle bei der Beurteilung der Flaschenreife. Beim Ausbau des Weines (Reifung) nach der alkoholischen Gärung geht der Gehalt an Gesamtsäure ständig zurück, da z.B. Weinstein (Kaliumhydrogentartrat) ausfällt und Äpfelsäure beim biologischen Abbau in Milchsäure und Kohlendioxid überführt wird.

Typisch sind Gehalte von 0,5 - 4 g/L (Weinsäure) und 0,1 - 2 g/L (Salze der Weinsäure). Bei Tartratkonzentrationen von > 1,3 - 1,5 g/L erfolgt die Ausscheidung von Weinstein. Dabei ist die Löslichkeit von Weinstein sehr stark abhängig vom Alkoholgehalt des Weines und von der Lagertemperatur.

Zur photometrischen Bestimmung der Weinsäure im Wein ist die Bildung des orange-gelben Weinsäure-Vanadat-Komplexes notwendig, dessen Konzentration durch Extinktionsmessung bei 540 nm erfaßt wird. Die bei der Umsetzung ebenfalls gebildeten Polyvanadinsäuren stören die Bestimmung wegen ihrer Gelbfärbung und werden deshalb durch Fällung mit Silberionen, Adsorption des Niederschlags an Aktivkohle und anschließende Filtration beseitigt.

Soll der Einfluß anderer Oxycarbonsäuren auf die Vanadat-Bildung berücksichtigt werden, vergleicht man die Probenlösung mit einer Lösung, in der die Weinsäure durch überschüssige Periodsäure zerstört wurde (nicht umgesetzte Periodsäure muß durch Reaktion mit Glycerin entfernt werden). Diese zweite Lösung liefert dann den Blindwert.

## Meßbedingungen

Wellenlänge: 540 nm

Leerwert: dest. H<sub>2</sub>O (Vorbehandlung wie Weinprobe)

Küvette: 1 cm Rechteckküvette

### **Verwendete Lösungen und Reagenzien**

Stammlösung: 10 g/L Weinsäure p.a. in dest. H<sub>2</sub>O

Lösung A: 17 g Silbernitrat p.a. in dest. H<sub>2</sub>O lösen, Zugabe von 300 mL Essigsäure (konz.), mit dest. H<sub>2</sub>O auf 1 L auffüllen

Lösung B: 10 g Ammoniumvanadat p.a. (NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub>) in 150 mL 1 M NaOH lösen, Zugabe von 54 g Natriumacetat, mit dest. H<sub>2</sub>O auf 1 L auffüllen

### **Durchführung und Auswertung**

#### **a) Weinprobe**

- 3 mL Probe in 200 mL Erlenmeyerkolben geben → Zugabe von 10 mL Lösung A und ca. 0,5 g Aktivkohle → kräftig schütteln
- 10 mL Lösung B unter ständigem Umschwenken zugeben
- entstehende Suspension filtrieren und Filtrat im graduierten Reagenzglas auffangen, die ersten 5 mL Filtrat verwerfen → Restlösung innerhalb von 30 min vermessen

#### **b) Kalibrierkurve**

- aus Weinsäure-Stammlösung 5 Kalibrierlösungen herstellen, empfohlener Konzentrationsbereich: 2 - 5 g/L
- Behandlung der Kalibrierlösungen analog a)

## **4.4 Kupfer**

Da zahlreiche Krankheiten des Weinstocks (Mehltau, Blattfallkrankheit oder falscher Mehltau, roter Brenner, schwarzer Brenner) neben der Bestäubung mit Schwefel auch durch Bespritzen mit Kupfersalzlösungen bekämpft werden, ist eine Bestimmung von Kupfer im Wein vorgeschrieben.

Die in der photometrischen Metallanalyse verwendeten Reagenzien sind meist Chelatbildner, die sich durch eine oft recht gute Selektivität auszeichnen. Die gebildeten Metallchelate weisen eine große Stabilität und hohe molare Extinktionskoeffizienten auf, so daß die photometrische Messung nachweisstark möglich ist.

Zur Bestimmung von Kupfer wird die Reaktion von Cu(I)-Ionen mit Cuproin (2,2'-Bichinolin) zu einem stabilen Chelatkomplex (Bisligandkomplex) mit einem Absorptionsmaximum bei 530 nm genutzt. Dazu müssen Cu(II)-Ionen zunächst mit Hydroxylaminhydrochlorid zu Cu(I)-Ionen reduziert werden. Da die Struktur des Liganden an die Geometrie der Koordinationssphäre des metallischen Zentrums und an dessen räumliche Ausdehnung angepaßt ist, spricht die „Cuproin“-Gruppe spezifisch auf Cu(I) an.

### **Meßbedingungen**

Wellenlänge: 530 nm

Leerwert: siehe Durchführung  
Küvette: 1 cm Rechteckküvette

### Verwendete Lösungen und Reagenzien

Stammlösung: 392,9 mg/L  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  p.a. = 100 mg/L  $\text{Cu}^{++}$  in dest.  $\text{H}_2\text{O}$

Lösung A: 10 g Hydroxylaminhydrochlorid p.a. und 10 g Natriumacetat p.a. in dest.  $\text{H}_2\text{O}$  lösen, mit dest.  $\text{H}_2\text{O}$  auf 100 mL auffüllen

Lösung B: 0,2 g Cuproin p.a. in 1 L Amylalkohol lösen, 24 Stunden stehen lassen

Lösung C: Amylalkohol

### Durchführung und Auswertung

#### a) Weinprobe

- 10 mL Wein in einen Scheidetrichter geben → Zugabe von 5 mL Lösung A und 5 mL Lösung B → ca. 1 min schütteln
- wäßrige Phase abtrennen und organische Phase durch ein Filter, in das eine Spatelspitze wasserfreies  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  gegeben wurde, abfiltrieren
- Lösung nach 5 - 10 min vermessen, Messung erfolgt gegen eine in gleicher Weise behandelte Blindprobe (Leerwert), die statt Lösung B 5 mL Lösung C enthält

#### b) Kalibrierkurve

- aus Kupfer-Stammlösung 5 Kalibrierlösungen herstellen, empfohlener Konzentrationsbereich: 0,5 - 5 mg/L  $\text{Cu}^{++}$
- Behandlung der Kalibrierlösungen analog a)
- Leerwert mit 10 mL dest.  $\text{H}_2\text{O}$  ansetzen

### Literatur

H. Naumer, W. Heller: *Untersuchungsmethoden in der Chemie: Einführung in die moderne Analytik*; 3. Auflage, Wiley-VCH, 2002

H. G. Maier: *Lebensmittel- und Umweltanalytik. Methoden und Anwendungen*; Steinkopff Verlag, Darmstadt, 1990

R. Mattisek, F.-M. Schnepel, G. Steiner: *Lebensmittelanalytik. Grundzüge, Methoden, Anwendungen*; 2. Auflage, Springer, Berlin, 1992

L. Matter (Hrsg.): *Lebensmittel- und Umweltanalytik mit der Spektrometrie. Tips, Tricks und Beispiele für die Praxis*; VCH, Weinheim, 1995