

## Fotometrische Kupferbestimmung in Wein

### 1 Aufgabe

- In einer Weinprobe ist fotometrisch der Kupfergehalt nach der unten angefügten Vorschrift aus dem Schweizerischen Lebensmittelbuch (SLMB) zu bestimmen.
- Die Kalibration ist auf mm-Papier aufzutragen und die Resultate sind aus der Grafik auszulesen. Es ist eine 3-fach Bestimmung durchzuführen.  
Die Resultate werden in mg/L Cu, mit 1 Dezimale, angegeben.

### 2 Bemerkungen zur Vorschrift

#### Chemikalien

- Natriumacetat, Hydroxylaminhydrochlorid, Isoamylalkohol, Natriumsulfat, kupferfreies Wasser. Diese Chemikalien sind beim Materialpool bereitgestellt.
- 2,2-Bichinolyll-Lösung ist hergestellt und kann ebenfalls beim Materialpool bezogen werden.
- Kupferstammlösung 100 mg/L Cu steht bei jedem Kandidaten und jeder Kandidatin auf dem Platz.

#### Zusätzliches Material

- Materialpool: Hydrophobe Faltenfilter, Kunststoffküvetten
- Bei Kandidat: 9 Kunststoffreagenzgläser, 5 x 100 mL Messkolben, 2 x 5 mL Vollpipette, 1 x 10 mL Messpipette (für Kalibration)

#### Änderung zur Vorschrift

- Es wird mit Kunststoffreagenzgläsern gearbeitet.
- Es werden Kunststoffküvetten anstatt Glasküvetten verwendet.
- Für die Erstellung der Bezugskurve (Kalibration) müssen inklusive Blindwert nur 5 Bezugslösungen (Standards) hergestellt werden.

#### Ausführung

Amylalkohol verbreitet einen unangenehmen Geruch. **Sämtliche Arbeiten**, inklusive Befüllung der Küvetten, **sind in der Kapelle durchzuführen!**

#### Probematerial

Die Vorschrift gilt für Traubensaft und Wein. Bei der abgegebenen Probe handelt es sich um Wein mit einem Alkoholgehalt < 15 %.

#### Entsorgung

Alle zu entsorgenden Lösungen werden im weissen Kanister mit der Aufschrift „Fotometrie“ gesammelt.

## Fotometrische Kupferbestimmung in Wein

(Auszug aus dem Schweizerischen Lebensmittelbuch, 30A Wein aus Trauben, Methode 13.4)

### PRINZIP

Die Kupfer(II)-Ionen werden mit Hydroxylamin-Hydrochlorid zu Kupfer(I)-Ionen reduziert. In einer Reaktion mit 2,2'-Bichinoly (Cuproin) bilden die Kupfer(I)-Ionen einen Komplex von rotvioletter Farbe, dessen Extinktion gemessen wird.

### REAGENZIEN

- Natriumacetat,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$
- Hydroxylaminhydrochlorid,  $\text{H}_4\text{CINO}$
- Isoamylalkohol (3-Methyl-Butanol-1)
- 2,2'-Bichinoly-Lösung: 0,2 g 2,2'-Bichinoly in 100 mL Isoamylalkohol lösen, während 24 Stunden ruhen lassen, dann filtrieren. Diese Lösung kann bei 4 °C während mehreren Monaten aufbewahrt werden
- Wasserfreies Natriumsulfat,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$
- Entmineralisiertes kupferfreies Wasser: 1 Liter entmineralisiertes Wasser einer Extraktion mit 10 mL 2,2'-Bichinoly-Lösung unterziehen; nach der Trennung der Phasen die organische Phase wegwerfen
- Kupfersulfat-Stammlösung, 100 mg/L Cu: 392,9 mg Kupfersulfat,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ , in 1 Liter entmineralisiertem kupferfreiem Wasser lösen
- Absolutes Ethanol

### GERÄTE

- Spektrofotometer, Wellenlänge 546 nm
- Glasküvetten von 1 cm Schichtdicke
- Reagenzgläser 20 mL, mit Schliffstopfen oder Schraubverschluss
- Hydrophobe Faltenfilter (z. B. Whatmann 1 PS) oder Zentrifuge

### AUSFÜHRUNG

#### 1 Bestimmung

- In ein 20-mL-Reagenzglas 0,5 g Natriumacetat, 0,5 g Hydroxylaminhydrochlorid, 5,0 mL der zu untersuchenden Probe und 5,0 mL 2,2'-Bichinoly-Lösung geben
- das Reagenzglas verschliessen und während 1 Minute kräftig schütteln
- durch das zuvor mit einer Spatelspitze wasserfreiem Natriumsulfat beschichtete hydrophobe Faltenfilter filtrieren oder zentrifugieren
- die Extinktion der organischen Phase bei 546 nm gegen eine Blindwertlösung messen, die auf die gleiche Weise zubereitet wurde, aber unter Verwendung von Isoamylalkohol anstelle der Bichinoly-Lösung.

## 2 Erstellung der Bezugskurve

Die Anwesenheit von Alkohol in der Probe beeinflusst das Volumen der organischen Phase. Es sind deswegen zwei Bezugskurven aufzustellen, die eine für die alkoholfreien Proben, die andere für die Weine.

- Verdünnungen aus der 100 mg/L Kupfer enthaltenden Stammlösung mit entmineralisiertem kupferfreiem Wasser (im Falle der Kupferbestimmung in den alkoholfreien Proben) und Ethanol 10 % Vol (im Falle der Kupferbestimmung in den Weinen) nach folgendem Schema zubereiten:

0,5 mL auf 100 mL aufgefüllt	0,5 mg/L Cu
1,0	1,0
2,0	2,0
4,0	4,0
6,0	6,0
8,0	8,0
10,0	10,0

- vorgehen wie unter 1 beschrieben unter Verwendung von 5.0 mL von jeder auf diese Weise zubereiteten Verdünnung und die Extinktion gegen eine Blindwertlösung messen, die mit entmineralisiertem kupferfreiem Wasser oder mit Ethanol 10 % Vol hergestellt wird.

Die Abbildung der Extinktion dieser Lösungen entspricht einer Geraden, die durch den Nullpunkt geht.

### Bemerkungen

1. Falls der Kupfergehalt der Probe 10 mg/L übersteigt, entsprechend mit entmineralisiertem kupferfreiem Wasser verdünnen.
2. Bei Proben, deren Alkoholgehalt 15 % Vol übersteigt, den Hauptanteil des Alkohols durch Destillation bis auf ein Drittel entfernen, anschliessend die Probe mit entmineralisiertem kupferfreiem Wasser auf das ursprüngliche Volumen bringen.

## BERECHNUNG UND ANGABE DER RESULTATE

Der Kupfergehalt wird der Bezugskurve entnommen und in mg/L Cu, mit 1 Dezimale, angegeben.

## BEURTEILUNG

Der Kupfergehalt der Weine liegt normalerweise unter 1 mg/L. Eine höhere Konzentration kann die Bildung einer Trübung im Wein begünstigen.

## LITERATUR

Tanner und Brunner (1987), S. 120.

## Fotometrische Kupferbestimmung in Wein – Expertenblatt

KandidatIn :

Note Arbeitstechnik :

Jedes Kriterium wird gleich stark gewichtet. Die Notenskala richtet sich nach dem Ausbildungsreglement. Nicht erfüllte Punkte hervorheben oder spezielle Beobachtungen unter Bemerkung festhalten.

Die Note Arbeitstechnik soll einerseits mit dem berechneten Wert, andererseits mit dem Gesamteindruck übereinstimmen. Die Bewertung und Notengebung muss in jedem Falle nachvollziehbar (Notizen) sein.

Kriterium	Note	Bemerkungen
Vollpipette für Weinprobe und Bichinolyt - Lösung	6 Ja	
	5 Handling der Vollpipette nicht optimal	
	3 Nein	
	1 Nicht durchgeführt	
Aufarbeitung	6 <ul style="list-style-type: none"> <li>• Saubere Einwaage (Analysenwaage nicht nötig)</li> <li>• 1 Minute geschüttelt</li> <li>• org. Phase filtriert</li> <li>• Quantitative Filtration</li> </ul>	
	5 Ein Punkt von 6 nicht erfüllt	
	4 Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt	
	3 Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt.	
	2 Arbeitsweise unbrauchbar	
1 Nicht durchgeführt		
Kalibration	6 <ul style="list-style-type: none"> <li>• Guter Umgang mit Messkolben</li> <li>• Blindwert – Lösung richtig hergestellt</li> <li>• 5 brauchbare Kalibrationspunkte (pro fehlendem Kalibrationspunkt 1 Note Abzug)</li> <li>• Gutes Handling mit Vollpipetten</li> </ul>	
	5 Ein Punkt von 6 nicht erfüllt	
	4 Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt	
	3 Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt.	
	2 Arbeitsweise unbrauchbar	
1 Nicht durchgeführt		
Messung	6 <ul style="list-style-type: none"> <li>• Bei 546 nm gemessen</li> <li>• Probe und Kalibration miteinander gemessen</li> <li>• Probe / Kalibration etwa gleiche Reaktionszeiten</li> <li>• Sauberer Umgang mit Küvetten</li> <li>• Aufwärmzeit (30min.) eingehalten</li> <li>• Proben und Kalibration gegen Blindwert gemessen</li> </ul>	
	5 Ein Punkt von 6 nicht erfüllt	
	4 Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt	
	3 Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt.	
	2 Arbeitsweise unbrauchbar	
1 Nicht durchgeführt		
Sicherheit / Sauberkeit & Ordnung	6 <ul style="list-style-type: none"> <li>• Arbeitet sauber und ordentlich</li> <li>• Augenschutz ist gewährleistet</li> <li>• Sicherheit ist gewährleistet</li> <li>• keine Verunreinigungen / Kontaminationen</li> </ul>	
	5 Ein Punkt von 6 nicht erfüllt	
	4 Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt	
	3 Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt (Sicherheit nicht gewährleistet)	
	2 Arbeitsweise unbrauchbar	
1 Nicht durchgeführt		
Methodik & Arbeitsdisposition	6 <ul style="list-style-type: none"> <li>• Arbeitet flink und nimmt auf andere Rücksicht</li> <li>• Koordiniert die Arbeiten gut</li> <li>• Das Protokoll (Rohdaten) werden laufend erfasst</li> <li>• Die Wartezeiten werden eingehalten</li> <li>• Die Arbeit ist abgeschlossen</li> </ul>	
	5 Ein Punkt von 6 nicht erfüllt	
	4 Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt	
	3 Methodik und Dispositionen umständlich und unkoordiniert	
	2 Arbeitsweise unbrauchbar	

Nachbezug Analysenmaterial	<input type="checkbox"/> ja <input type="checkbox"/> nein	Der Notenabzug erfolgt erst durch das für die Aufgabe zuständige Expertenteam
-------------------------------	---	--

Gesamteindruck / Notizen	

### Weitere Informationen

- Ein Protokoll muss nicht geschrieben werden, aber das Resultatblatt muss vollständig ausgefüllt werden und eine grafische Auswertung auf mm-Papier beigelegt werden.
- Gewichtung der Aufgabe:  
Arbeitstechnik: 30 %  
Resultate: 60 %  
Protokoll: 10 %
- Bei einem oder mehreren Rechnungsfehler wird 1.0 Note bei der Note Resultate abgezogen.
- Für die Note Resultate, zählen die vom Expertenteam nachgerechneten Werte.
- Bei Probenachbezug wird 1.0 Note in der Note Arbeitstechnik abgezogen. Dies wird aber vom korrigierenden Expertenteam ausgeführt.
- Die Note Resultate kommt aus dem Mittelwert folgender Positionspunkte zustande:  
 $R^2$  (30 %), Abweichung vom Soll-Wert (40 %), RSD (30 %)