

# MEBAK – Brautechnische Analysenmethoden

Ergänzung Band I, 3. Auflage 1997

Die MEBAK hat auf ihrer Sitzung (7./8. September 2000) beschlossen, zur Wassergehaltsbestimmung in Hopfenextrakt die Karl-Fischer-Methode zu empfehlen.

## 5.2.3 Wasser (Karl-Fischer-Methode)

Mit der konventionellen gravimetrischen Wasserbestimmung nach der Trockenschrankmethode erhält man im allgemeinen zu hohe Werte. Zuverlässigere Bestimmungen liefert die Titration nach Karl-Fischer.

### Prinzip

In der Karl-Fischer-Lösung bildet das darin enthaltene  $\text{SO}_2$  mit Methanol einen Ester, der durch die vorhandene Base neutralisiert wird. Das Anion der methylschwefligen Säure ist die reaktive Komponente bei der Reaktion. Bei der Wassertitration wird das Methylsulfid-Anion durch das Jod zu Methylsulfat oxidiert. Der Endpunkt kann entweder durch den Farbumschlag (Zugabe von Stärkelösung) oder elektrochemisch bestimmt werden.

### Geräte

Geeignete Apparatur zur Durchführung einer Karl-Fischer-Titration

- Spritze für die Injektion in das Titriergefäß der Karl-Fischer-Apparatur
- Probenfläschchen mit Schraubverschluss, 50 ml

### Reagenzien

- Karl-Fischer-Lösung (z.B. Merck Nr. 1.09258; 5 mg Wasser/ml Karl-Fischer-Lösung; genaue Bestimmung der Konzentration der Karl-Fischer-Lösung durch Titration einer Wasser-Standard-Lösung, z.B. Merck Nr. 1.09259, oder von reinem Wasser)
- Methanol, max. 0.05% Wasser

### Ausführung

Konditionierung des Titriermediums

- Titriergefäß mit Methanol als Titriermedium befüllen
- tropfenweise Karl-Fischer-Lösung bis zum Endpunkt zugeben

Bestimmung des genauen Wassergehalts des Methanols

- Titriermedium konditionieren
- ca. 5 ml Methanol mit tariierter Spritze zugeben
- Spritze zur Ermittlung des Gewichts an zugesetztem Methanol sofort zurückwägen
- Karl-Fischer-Lösung tropfenweise bis zum Endpunkt zugeben

Bestimmung des Wassergehalts im Hopfenextrakt

- Extraktprobe bei 40 °C im Wasserbad verflüssigen und homogenisieren
- ca. 1 g in ein verschraubbares Probenfläschchen einwiegen
- mit Methanol bis zu einem Gewicht von ca. 15 g auffüllen
- Probenfläschchen verschließen und Extrakt im Ultraschallbad lösen (Probelösung)

- Titriermedium konditionieren
- ca. 5 ml Probelösung mit tariierter Spritze zugeben
- Spritze zur Ermittlung des Gewichts an zugesetztem Methanol sofort zurückwägen
- Karl-Fischer-Lösung tropfenweise bis zum Endpunkt zugeben

### Berechnung

$$\text{Wassergehalt des Methanols } W_M = \frac{V \cdot K}{G_M}$$

V = Verbrauch an Karl-Fischer-Lösung bis zum Titrationsendpunkt in ml

K = genaue Konzentration der Karl-Fischer-Lösung in mg/ml

$G_M$  = Gewicht des zugesetzten Methanols in g

$$\text{Wassergehalt der analysierten Probelösung } W_A = \frac{V \cdot K}{G_A}$$

V = Verbrauch an Karl-Fischer-Lösung bis zum Titrationsendpunkt in ml

K = genaue Konzentration der Karl-Fischer-Lösung in mg/ml

$G_A$  = Gewicht des analysierten Probelösung in g

$$\text{Wassergehalt des Hopfenextrakts in \%} = \frac{G_P \cdot (W_A - W_M)}{G_E \cdot 10}$$

$G_P$  = Gewicht der Probelösung in g

$G_E$  = Extrakteinwaage in g

### Angabe der Ergebnisse

in % mit einer Dezimale

### Genauigkeit

$Vk_r$  für Wassergehalte  $\geq 2\%$  4%  
für Wassergehalte  $< 2\%$  bis 10%

$Vk_R$  für Wassergehalte  $\geq 2\%$  10%  
für Wassergehalte  $< 2\%$  bis 25%

### Normwerte

Im allgemeinen betragen die Wassergehalte in Reinharzextrakten max. 3%.

### Literatur

- E. Scholz, Karl-Fischer-Titration, Springer-Verlag, Berlin 1984.  
Riedel-deHaën, HYDRANAL-Praktikum, Wasserreagenzien nach Eugen Scholz für die Karl-Fischer-Titration, 1996.