

GOED GLASWERK IN DE WIJNMAKERIJ

Inleiding

Tijdens de laatste wintercursus werden mij door een paar andere deelnemers vragen gesteld over het titreren van zuur, het kopen van natriumhydroxide en over glaswerk. Waarschijnlijk leven dergelijke vragen bij meerdere wijnbouwcollega's. Mede door deze vragen zijn een drietal artikelen tot stand gekomen. Tezamen vormen deze een leidraad om zelf het zuurgehalte in wijn te bepalen. Twee van de drie artikelen zijn in dit kwartaalblad opgenomen. Het derde artikel is te vinden op de website van de Brabantse Wijnbouwers.

Om het zuurgehalte in wijn te bepalen wordt gebruik gemaakt van de analysemethode zuur-base titratie. Het einde van de titratie kan worden vastgesteld door middel van de kleuomslag van een indicator. Een andere methode is om met behulp van een pH-meter de potentiaalsprong* te meten. Beide methodes worden in deze artikelen behandeld.

Om te kunnen titreren is glaswerk zoals een buret en pipet benodigd. Beide soorten glaswerk behoren tot het volumetrisch glaswerk met een opgegeven tolerantie. De tolerantie zegt iets over de fout van het glaswerk. Net zoals elk ander instrument hebben ook een buret en een pipet een gebruikshandleiding. Als deze handleiding wordt opgevolgd is het mogelijk om het zuurgehalte met een kleine foutmarge te bepalen. Het eerste artikel zal u inzicht geven in de verschillende soorten glas, de nauwkeurigheid van buret en pipet en hoe met deze dient te worden omgegaan.

Het tweede artikel gaat in op het vraag wanneer het einde van een titratie is bereikt.

Er zijn meerdere methoden om dit te bepalen. In de eerste plaats is het mogelijk om een indicator te gebruiken. De vraag is dan welke indicator het beste kan worden gebruikt.

Een andere mogelijkheid is het gebruik van een pH-meter. De vraag is dan bij welke pH-waarde het einde van de titratie is bereikt. Of is er misschien een rekenkundige methode om op basis van de meetwaarden het omslagpunt te berekenen?

Als titrant (zo heet de vloeistof waarmee wordt getitreerd) wordt door de wijnboer vaak blauwloog gebruikt. Blauwloog is een natriumhydroxide-oplossing waaraan een indicator is toegevoegd. In plaats hiervan is het ook mogelijk om een natriumhydroxide-oplossing te kopen en voorafgaand aan de titratie een indicator toe te voegen.

Het derde artikel is op de website van de Brabantse Wijnbouwers te vinden. Daarin is een uitgebreide werkinstructie opgenomen om een titratie uit te kunnen voeren. Aan de hand van een formule en voorbeeldberekeningen wordt uitgelegd hoe het zuurgehalte bij een bepaald getitreerd volume wordt berekend. De gegeven formule is zo opgezet dat het niet nodig is om de achterliggende theorie te beheersen.

In het geval dat het omslagpunt van de titratie met behulp van een pH-meter wordt bepaald, zijn er formules en voorbeeldberekeningen gegeven om het getitreerde volume te berekenen.

Naast de werkinstructie en de berekeningen worden ook de relevante reactievergelijkingen gegeven.

Opmerking:

De potentiaalsprong is de sprong van de elektrische spanning tussen het elektrode-materiaal van de elektrode en de oplossing.

Verschillende soorten glas

Het meeste glaswerk dat in een laboratorium wordt gebruikt is het zogenaamde borosilicaatglas. Borosilicaatglas is een glassoort waaraan het hoofdbestanddeel ($\pm 80\%$ siliciumoxide) ook booroxide (B_2O_3), aluminiumoxide (Al_2O_3) en natriumoxide (Na_2O) is toegevoegd.

Deze toevoegingen zorgen voor een aantal specifieke eigenschappen:

- Kleine thermische uitzettingsgraad. Dat wil zeggen dat bij verhitting of afkoeling het glas weinig zal uitzetten respectievelijk zal krimpen waardoor het hittebestendig is.
- Goede bestandheid tegen zuren, oplosmiddelen en chemicaliën.
- Hoge slijtvastheid. Borosilicaatglas is met een factor van ongeveer 2 sterker dan vensterglas.

Glas kan langzaam door sterke basen en waterstoffluoride worden aangetast. Het advies is dan ook om altijd het glaswerk na gebruik schoon te spoelen.

Borosilicaatglas komt men niet alleen tegen in het laboratorium of in de chemische industrie, maar ook in de keuken. Juist vanwege de hittebestendigheid en de sterkte, zijn ook (oven)schalen en glazen deksels van borosilicaatglas gemaakt.

Er zijn meerdere fabrikanten die laboratoriumglaswerk van hun eigen 'glassoort' produceren. Al deze merkgebonden glassoorten zijn van het type borosilicaatglas waarbij in de samenstelling kleine verschillen zijn. Voorbeelden daarvan zijn Duran en Pyrex.

Borosilicaatglas mag niet als afval bij het recyclebaar glas terecht komen, het heeft namelijk een hoger smelttraject dan vensterglas. Als het borosilicaatglas toch in de recyclecyclus terecht komt dan kunnen de smeltmachines, die deze afvalstroom verwerken, in problemen komen doordat het borosilicaatglas taaie slierten in de machine gaat vormen.

Vensterglas, ook wel kalk-natriumglas of kalk-soda glas genoemd, is een glassoort waar aan het hoofdbestanddeel siliciumoxide (70%) ook natrium-, calcium-, aluminium- en magnesiumoxiden zijn toegevoegd. Vensterglas is niet hittebestendig en kan mede daardoor niet als laboratoriumglaswerk worden gebruikt. Vensterglas en borosilicaatglas hebben een smelttraject van circa 700 tot 1000 graden Celsius.

Kwartsglas is een ander soort glas en bestaat uit zuiver siliciumoxide. Het heeft een hoog smeltpunt van rond de 1650 - 1700 graden Celsius. In tegenstelling tot andere glassoorten laat kwartsglas ultraviolet licht door. Door deze eigenschap wordt dit glassoort gebruikt bij analysemethoden waarbij een bundel ultraviolet licht door een cuvette van kwartsglas wordt gestuurd. Een cuvette is een houder die het te analyseren monster bevat.

Toleranties van volumetrisch glaswerk

Een handmatige titratie wordt uitgevoerd met behulp glaswerk zoals volpipet en buret. Zowel een volpipet als buret behoren tot het gekalibreerde volumetrisch glaswerk en hebben een hoge mate van nauwkeurigheid.

Met behulp van de volpipet wordt een exact volume (wijn)monster afgemeten. Vervolgens wordt bij het afgemeten volume een hoeveelheid vloeistof (blauwloog of natriumhydroxide-oplossing) druppelsgewijs toegevoegd. Het toevoegen van de vloeistof gebeurt met een buret.

De eigenlijke naam voor een volpipet is 'volumetrische pipet'. In spreek- en schrijftaal wordt dit woord verkort tot volpipet. Een volpipet is vaak van glas waarmee een vast volume kan worden afgegeven.

Volpipetten zijn in verschillende volumes te koop. Voor het bepalen van het zuurgehalte is een volpipet met een volume van 10 of 15 milliliter (ml) benodigd.

Een buret is een glazen buis, met schaalverdeling en onderaan een kraantje, die verticaal wordt opgesteld. De bovenkant is open waardoor de glazen buis met een vloeistof kan worden gevuld. Met een buret is het mogelijk om zeer nauwkeurig een hoeveelheid vloeistof in een ander vat (bekerglas, erlenmeyer et cetera) over te brengen.

Het totale volume dat een buret kan bevatten kan variëren. Voor het bepalen van het zuurgehalte in wijn wordt een buret met een volume van 50 ml geadviseerd. Het is ook mogelijk om een buret van 25 ml aan te schaffen. Het nadeel daarvan is dat bij het uitvoeren van meerdere bepalingen achter elkaar de buret vaker bijgevoerd moet worden. Het voordeel is dat de tolerantie kleiner is dan die van een buret van 50 ml.

Volpipetten en buretten zijn in twee klassen te koop. Namelijk klasse A/AS en Klasse B. Een klasse zegt iets over de nauwkeurigheid van het glazen instrument. Hoe nauwkeuriger het glaswerk, hoe nauwkeuriger het eindresultaat van de bepaling *kan* zal zijn. Het eindresultaat is namelijk niet alleen afhankelijk van de nauwkeurigheid van het glas maar onder andere ook van de manier waarop de titratie wordt uitgevoerd.

Kenmerken:

- Klasse A heeft ten opzichte van klasse AS een langere uitlooptijd. De uitlooptijd is de tijd die een volpipet nodig heeft om volledig leeg te lopen.
- De tolerantie van klasse A is gelijk aan die van klasse AS.
- Klasse B heeft ten opzichte van klasse A en AS een tolerantie die ongeveer twee keer zo groot is.

Tabel 1. Toegestane toleranties van enige volpipetten.

Nominaal volume [mL]	Toegestane tolerantie [ml]		Minimale uitlooptijd [sec]		Band Kleurcode
	Klasse A	Klasse B	Klasse A	Klasse B	
5	± 0,01	± 0,02	8	8	Wit
10	± 0,02	± 0,04	15	8	Rood
15	± 0,03	± 0,06	25	10	Groen
20	± 0,03	± 0,06	25	10	Geel
25	± 0,03	± 0,06	25	15	Blauw
50	± 0,05	± 0,10	25	15	Rood

Opmerking: De maximale uitlooptijd voor klasse A en B is 60 seconden.

Bron: [http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E969-02\(2012\)](http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E969-02(2012))

Tabel 2. Toegestane toleranties van enige buretten.

Nominaal volume [mL]	Klasse AS	
	Toegestane tolerantie [ml]	Schaalverdeling [ml]
10	± 0,02	0,02
25	± 0,03	0,05
50	± 0,05	0,10



Op volumetrisch glaswerk moeten de volgende kenmerken op de buitenkant van het glaswerk worden vermeld:

- Klasse: A/AS of B
- Afgegeven volume
- Calibratie: TD (to deliver), Ex of TC (to contain)
- Calibratie temperatuur: Vrijwel altijd 20 °C
- Volume eenheid: ml of cm³
- Wachtijd
- Naam fabrikant of logo

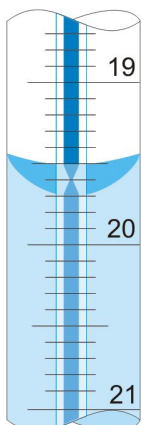
De term TD/Ex betekent dat de pipet niet het nominale volume bevat. Het vermelde volume is het gekalibreerde volume dat uit de pipet stroomt. Het uitgestroomde volume wordt 'het afgegeven volume' genoemd en is ongelijk aan het volume dat in de pipet zit.

Voorwaarde om exact het nominale volume te pipetteren is dat de volpipet onder een hoek van circa 45 graden tegen de binnenkant van het ontvangende vat (erlenmeyer, bekeerglas) wordt gezet. Vervolgens laat men de volpipet leeglopen. De druppel die in de punt achterblijft, mag NIET worden uitgeblazen. Op de achterblijvende druppel is een volpipet geijkt

De volgende kenmerken kunnen optioneel op volumetrisch glaswerk worden vermeld:

- Tolerantie
- Handelsmerk
- Land van herkomst
- Standaard: Bijvoorbeeld ISO of DIN
- Batchnummer

Het advies is om volpipetten en buretten van de hoogste klasse A/AS aan te schaffen. In de handel zijn ook (meet)pipetten zonder klasse-aanduiding te koop. Deze komen voor gebruik van analytische bepalingen niet in aanmerking.



Bij buret met een Schellbach streep is de afleesbaarheid beter dan een buret zonder Schellbach streep. Veelal bieden fabrikanten van laboratoriumglaswerk buretten met en zonder een Schellbach streep aan.

Aan de achterkant van een Schellbach buret is in het glas een verticale witte band met daarin een gekleurde streep aangebracht. Als men door de buretbuis heen kijkt dan is op hoogte van de onderkant van de meniscus de gekleurde lijn vernauwd tot een zandlopervormig figuur. Daar waar de gekleurde lijn het dunst is, dient op de voorliggende schaalverdeling het volume te worden afgelezen. Het vernauwen van de gekleurde lijn wordt veroorzaakt door lichtbreking.

Bron foto:

<http://glossary.periodni.com/glossary.php?en=Schellbach%E2%80%99s+burette>

Hoe om te gaan met een buret

Een buret is een precisie instrument die is gekalibreerd bij 20 graden Celsius. Voor een correcte werking is het belangrijk dat een buret brandschoon is. Eventuele sporen vet aan de binnenkant van de buret kunnen de bepaling beïnvloeden. Vetsporen in de buret veroorzaken dat vloeistof aan het glas blijft 'plakken'. Wees hierop alert tijdens het titreren.

Voordat een buret kan worden gebruikt dient eerst te worden gecontroleerd of:

- De buret schoon en vetvrij is
- De kraan soepel rond kan draaien

Wanneer de kraan niet soepel draait dan moet deze, en het kraanhuis, worden schoon gemaakt. Een kraan kan van glas of van kunststof (Teflon), zijn.

In geval van een glazen kraan dient daar zéér weinig kranenvet (siliconenvet) op te worden aangebracht. Het gebruikte vet moet zuur- en watervrij zijn. Door de kraan in het kraanhuis te plaatsen, en deze vervolgens een paar keer rond te draaien, wordt het kranenvet verdeeld. Een kunststof kraan heeft een lage wrijvingsweerstand en hoeft niet te worden ingevet.



Het schoonmaken gebeurt het beste met een oplossing van een (alkalisch) vloeibaar wasmiddel. Na een schoonmaakbeurt met een zeepoplossing dient de buret met kraanwater goed te worden nagespoeld en vervolgens met demiwater nogmaals 3 keer naspoelen. (Demiwater ook wel gedemineraliseerd water genoemd, is water waaruit alle zouten en mineralen zijn verwijderd).

Na het naspoelen wordt met behulp van een keukentissue de buret van buiten droog gemaakt.

Wanneer een buret lang niet is gebruikt, is het verstandig om standaard de kraan uit zijn behuizing te halen en alles met een zeepoplossing schoon te maken. In geval van een glazen kraan dient deze vervolgens met kranenvet of siliconenvet te worden ingesmeerd.

Wanneer uit de controle blijkt dat de buret schoon en vetvrij is en de kraan in orde is, dan wordt deze met demiwater (af)gespoeld en afgedroogd met een keukentissue. Vervolgens wordt de buret in de buretklem aan het statief geplaatst. Zet een glazen trechtertje op de buret en een bekersglas onder de kraan. Zorg dat de kraan dicht is.

Vul de buret volledig met de vloeistof waarmee wordt getitreerd. Bij de bepaling van het zuurgehalte van most of wijn is dat een 0,1 M (olair) natriumhydroxide-oplossing.

De concentratie van een stof in een vloeistof wordt uitgedrukt in Molair. Dit is een hoeveelheid stof (uitgedrukt in mol) opgelost in een totaalvolume van één liter vloeistof. In het derde artikel wordt hier dieper op ingegaan.

Laat na het vullen van de buret deze vervolgens leeglopen door de kraan te openen. Herhaal dit één tot twee keer.

Vervolgens wordt de buret gevuld en de trechter verwijderd. Zorg dat het niveau ligt tussen de 0 en 1 ml. Er mogen geen luchtbelletjes in de buret aanwezig zijn. Let op dat de buitenkant van de uitloop droog is en dat de kraan volledig met natriumhydroxide-oplossing is gevuld. Verwijder een

eventuele druppel die nog aan de uitloop van het kraantje zit. Doe dit door middel van het aantikken van een bekersglasje tegen de uitloop.

Nu is de buret gereed om het bepalen van het zuurgehalte uit te voeren. Hoe deze bepaling dient te worden uitgevoerd wordt beschreven in het derde artikel op de website.

Een buret heeft een wachttijd van 30 seconden. Dat betekent dat na het titreren nog 30 seconden dient te worden gewacht voordat de eindstand van het volume kan worden afgelezen. Normaal gesproken wordt vlak voor het omslagpunt van de titratie druppelsgewijs getitreerd. De tijd dat druppelsgewijs wordt getitreerd is vaak langer dan de officiële wachttijd. Hierdoor kan na het bereiken van het omslagpunt direct het volume worden afgelezen.

Na afloop van de titratie dient de buret goed te worden schoongespoeld met kraanwater en drie maal nagespoeld met demiwater.

Als er een aantal dagen achter elkaar de buret wordt gebruikt dan kan deze na gebruik eerst met kraanwater en daarna met demiwater worden schoongemaakt. Vervolgens wordt de buret weer in de buretklem aan het statief geplaatst. Vul daarna de buret met demiwater en zet een kapje op het uiteinde van de buret. Als de volgende dag de buret weer wordt gebruikt spoel hem dan eerst 1 keer voor met de natriumhydroxide-oplossing voordat een zuurgehalte bepaling wordt uitgevoerd.

Berg de buret droog op als deze voor lange tijd niet wordt gebruikt.

Hoe om te gaan met een pipet

Een pipet is net zoals een buret een precisie instrument dat ook is gekalibreerd bij 20 graden Celsius. Bij gebruik van een pipet kan men het beste de pipet bij de uiteinden vasthouden en niet bij het vullichaam van de pipet. Dit doordat het glas bij aanraking van de handen kan uitzetten wat een fout veroorzaakt in het te pipetteren volume.

Voordat een pipet kan worden gebruikt dient deze schoon en vetvrij te zijn. Wat bij een buret over schoonmaken met een zeepoplossing is gezegd geldt ook voor een pipet en wordt hier niet herhaald. Ook hier geldt dat een pipet van binnen brandschoon dient te zijn.

Voor gebruik wordt een pipet eerst twee maal gespoeld met de te pipetteren vloeistof. In ons geval is dat dus most of wijn. Pipetteer nooit direct uit een fles maar schenk de most of wijn in een schoon bekersglasje.

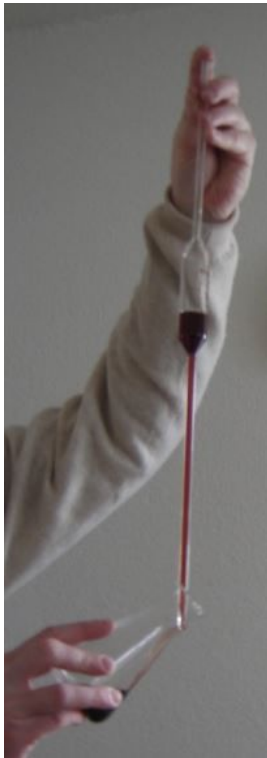
Als de most of wijn niet helder is dient deze door een papierfilter eerst gefiltreerd te worden.

Het opzuigen van een vloeistof in een pipet kan op twee manieren gebeuren:

- Door middel van een pipetteerballon.
- Het opzuigen van de vloeistof door het uiteinde van de pipet tegen de mond te zetten en vervolgens de vloeistof op te zuigen. Dit mag alleen als de op te zuigen vloeistof bij mondcontact ongevaarlijk is. In geval van most of wijn is dat dus geen probleem.

Als het volume tot boven de maatstreep is gestegen wordt de wijsvinger snel op het uiteinde van de pipet gezet.

Door nu de pipet ten opzichte van de wijsvinger iets te roteren en gelijktijdig de druk van de wijsvinger op het uiteinde te verminderen, zal er heel weinig lucht in de pipet stromen waardoor het vloeistof niveau zal dalen. Een trucje is om vooraf de wijsvinger tegen het voorhoofd te wrijven waardoor deze vettig wordt. Hierdoor is het makkelijker om de pipet volledig af te sluiten. Deze manier vergt enige oefening maar het is uiteindelijk makkelijker om het vloeistofniveau op het vereiste niveau te laten zakken.



Na het twee keer spoelen van de pipet met de wijn is deze klaar voor gebruik. Nu kan de te analyseren most of wijn tot boven de maatstreep worden opgezogen. Wijsvinger op het uiteinde waarna de buitenkant van de pipetpunt met een stukje keukenpapier droog gemaakt. Daarna wordt de pipet in een hoek van 45 graden tegen de binnenkant van een droog en schoon bekersglas gezet. Laat vervolgens het vloeistofniveau in de pipet zakken. De onderkant van de meniscus moet op dezelfde hoogte komen als de maatstreep op de hals van de pipet.

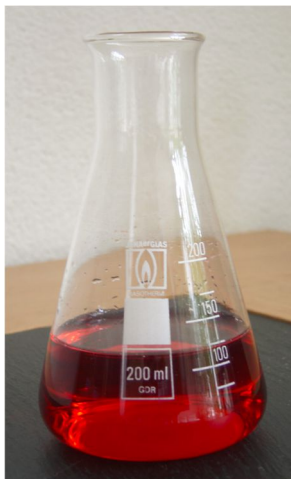
Plaats de pipet onder een hoek van 45 graden aan de binnenkant van een erlenmeyer en laat de pipet in de erlenmeyer leeglopen. Na het leeglopen nog 5 seconden de pipet stil tegen het glas houden voordat deze wordt verwijderd. Het laatste restje in de pipet NIET uitblazen of aftikken. Een pipet is namelijk geijkt op die hoeveelheid die in de pipetpunt blijft zitten.

Na gebruik dient de pipet schoon te worden gemaakt met kraanwater en drie maal nagespoeld met demiwater. Regelmatig dient een pipet met een zeepoplossing grondig te worden gereinigd.

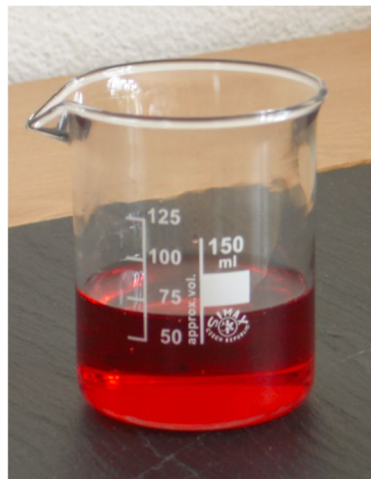
Tot slot

In dit artikelen wordt de bepaling van het zuurgehalte in wijn uitgevoerd met behulp van een buret en volpipet. Er is ingegaan op de toleranties van deze glasinstrumenten.

De aanschaf van dergelijk glaswerk is duurder dan titreren met een meetpipet met ballon. Maar de nauwkeurigheid van de bepaling zal daardoor sterk toenemen. Dit zal de uiteindelijke kwaliteit van de wijn ten goede komen.



Erlenmeyer



Bekerglas