

Bestimmung der freien und gesamten schwefligen Säure (Destillationsverfahren)

1. Gesamte schweflige Säure

Prinzip: Schweflige Säure kommt im Wein frei und an verschiedene Inhaltsstoffe gebunden vor. Beide Zustandsformen zusammen ergeben die gesamte schweflige Säure. Die gebundene schweflige Säure wird durch Zugabe von Schwefelsäure und Erhitzen freigesetzt und mit der freien SO_2 in ein Oxidationsgemisch überdestilliert. Der Verbrauch an Oxidationsmittel wird bestimmt und daraus der Gehalt an gesamter schwefliger Säure berechnet.

Infrarotbrenner ca. 5 min vorheizen.

Büretten auf vollständige Füllung überprüfen, Tropfen von den Bürettenhähnen entfernen.

Automatische Abmeßpipetten auffüllen und bereitstellen.

25 ml Kaliumjodat-S1 langsam in einen 200 ml Erlenmeyerkolben (Reaktionskolben) einlaufen lassen, Bürettenhahn an der Innenwand des Kolbens abstreifen.

Erlenmeyerkolben unter das Destillierrohr stellen.

2 ml Methanol (S2) (autom. Abmesspipette), 1-2 Tropfen Antischaum und 4-5 Bimssteine in den Destillierkolben (100 ml Stehkolben) geben.

10 ml des zu untersuchenden Getränkes zupipettieren (Hinweise zur Pipettiertechnik beachten).

10 ml Schwefelsäure 16% (S3/5) zudosieren (autom. Abmesspipette) und den Kolben sofort am Silikonstopfen des Destillierrohres befestigen. Auf Dichtigkeit achten.

Destillierkolben auf den Infrarotbrenner aufsetzen, das Destillierrohr sollte dabei auf dem Boden des Reaktionskolbens aufsetzen (Reaktionskolben ggf. mit Aluscheiben o.ä. unterlegen).

3 Minuten destillieren

Destillierrohr am Stativstab nach oben schieben und zur Seite schwenken. Den Destillierkolben abnehmen und den Vorstoß gründlich mit destilliertem Wasser in den Reaktionskolben abspülen.

Gummikappe über den Reaktionskolben stülpen und den Kolben mit Leitungswasser kühlen.

Nach Abkühlen auf Zimmertemperatur 10 ml Stärkelösung-S (S4) und 10 ml Schwefelsäure 16% (S3/5) zukippen. Es erfolgt ein Farbumschlag nach dunkelblau.

Magnetstift in den Kolben geben, Kolben auf den Magnetrührer stellen, Rührer einschalten.

Mit Natriumthiosulfatlösung-S1 (S6) bis zur völligen Entfärbung titrieren.

Verbrauchte Menge Thiosulfatlösung an der Bürette ablesen und notieren.

Büretten für die nächste Bestimmung auffüllen.

Zur Berechnung der gesamten schwefligen Säure wird die verbrauchte Menge Thiosulfatlösung mit 20 multipliziert und das Ergebnis von 250 abgezogen:

Beispiel: Die verbrauchte Menge Thiosulfatlösung beträgt **4,7** ml. Die gesamte schweflige Säure wird dann wie folgt berechnet:

$$1. \quad 4,7 \times 20 \quad = \quad 94 \quad 2. \quad 250 - 94 \quad = \quad 156$$



d.h. der Gehalt an gesamter schwefliger Säure beträgt **156 mg/l**.

Diese Vorschrift gilt für Gehalte bis max. 230 mg/l. Bei höheren Gehalten an gesamter schwefliger Säure wird die Arbeitsanleitung geringfügig geändert:

Anstelle von 25 ml Kaliumjodat-S1 werden 50 ml Kaliumjodatlösung in den Reaktionskolben vorgelegt.

Ansonsten wird wie oben beschrieben verfahren. Bei der Berechnung der gesamten schwefligen Säure wird in Rechenschritt 2 (s.o.) die Zahl 250 durch 500 ersetzt.

Selbstverständlich kann auch bei SO₂-Gehalten unter 230 mg/l nach dieser Vorschrift gearbeitet werden, allerdings mit einem erheblichen Mehrverbrauch an Titrationslösungen.

2. Bestimmung der freien schwefligen Säure (mit Ascorbinsäure und Reduktonen)

Prinzip: Jod bildet mit Stärke eine tiefblaue Verbindung. Die in der Untersuchungsflüssigkeit enthaltene schweflige Säure reduziert zutitrierte Jodlösung zu Jodid, das von Stärke nicht gefärbt wird. Es wird solange Jodlösung titriert bis alle SO₂ verbraucht ist und keine Reduktion mehr erfolgt. Aus dem Verbrauch an Jodlösung wird der Gehalt an freier schwefliger Säure berechnet.

10 ml Untersuchungsflüssigkeit in einen 100 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.

Unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml Schwefelsäure 16% (S3/5) und Stärkelösung-S (S4) zugeben.

Magnetstift in den Kolben geben, Kolben auf den Magnetrührer stellen, Rührer einschalten.

Mit Kaliumjodat-S1 titrieren bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt.

Verbrauchte Menge Jodatlösung notieren. Dieser Wert ergibt mit 10 multipliziert den Gehalt an freier schwefliger Säure (mit Ascorbinsäure und Reduktonen).

Beispiel: Es wurden **3,6 ml** Jodatlösung titriert.

$$1. \quad 3,6 \times 10 = 36$$

d.h. der Gehalt an freier schwefliger Säure beträgt **36 mg/l**.

3. Bestimmung der freien schwefligen Säure unter Berücksichtigung von Ascorbinsäure und Reduktonen.

Prinzip: Die in der Untersuchungsflüssigkeit enthaltene freie schweflige Säure wird durch Zugabe von Glyoxal gebunden. Titriert man nun nach dem oben angegebenen Verfahren, so erfaßt man nur die Ascorbinsäure und die Reduktone. Zieht man den so erhaltenen Wert von dem Gehalt an freier schwefliger Säure ab, erhält man den Gehalt an echter freier SO₂.

10 ml Untersuchungsflüssigkeit in einen 100 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.

2 ml Glyoxallösung 40 % zupipettieren und 5 Minuten warten.

Unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml Schwefelsäure 16% (S3/5) und Stärke-lösung-S (S4) zugeben.

Magnetstift in den Kolben geben, Kolben auf den Magnetrührer stellen, Rührer einschalten.

Mit Kaliumjodat-S1 titrieren bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt.

Verbrauchte Menge Jodatlösung notieren. Dieser Wert ergibt mit 10 multipliziert den Gehalt an Ascorbinsäure und Reduktonen. Zieht man diesen Wert vom oben bestimmten Gehalt an freier schwefliger

Säure ab, so erhält man den Gehalt an echter freier SO₂

Beispiel: Es wurden **1,2** ml Jodatlösung titriert.

$$\begin{array}{rcl} 1. & 1,2 \times 10 & = & 12 \\ 2. & 36 - 12 & = & 24 \end{array}$$

d.h. der Gehalt an echter freier SO₂ beträgt **24** mg/l.

4. Bestimmung der gebundenen schwefligen Säure

Eine Bestimmung der echten freien SO₂ kann auch über die Bestimmung der gebundenen SO₂ erfolgen. Die Differenz zwischen der gesamten und der gebundenen SO₂ entspricht dem Gehalt an echter freier SO₂. Diese Methode ist vor allem bei dunkel gefärbten Flüssigkeiten wie z.B. Rotweinen zu empfehlen.

Freie SO₂ (mit Ascorbinsäure und Reduktonen) wie oben beschrieben bestimmen. Anstelle des 100 ml Erlenmeyerkolbens einen 100 ml Stehkolben (Destillierkolben) verwenden.

Zu der austitrierten Flüssigkeit 2 ml Methanol (S₂) (autom. Abmesspipette), 1-2 Tropfen Antischaum und 4-5 Bimssteine in den Destillierkolben geben.

25 ml Kaliumjodat-S1 langsam in einen 200 ml Erlenmeyerkolben (Reaktionskolben) einlaufen lassen, Bürettenhahn an der Innenwand des Kolbens abstreifen.

Erlenmeyerkolben unter das Destillierrohr stellen.

Kolben am Silikonstopfen des Destillierrohres befestigen. Auf Dichtigkeit achten.

Destillierkolben auf den Infrarotbrenner aufsetzen und 4 Minuten destillieren

Weiter verfahren wie unter 2.1 beschrieben. Die Berechnung der gebundenen SO₂ erfolgt nach der dort aufgeführten Formel. Durch Subtraktion der gebundenen von der gesamten schwefligen Säure erhält man die echte freie schweflige Säure.

Beispiel: Es wurden **132** mg/l gebundene SO₂ gefunden.

$$1. \quad 156 - 132 = 24$$

d.h. der Gehalt an echter freier schwefliger Säure beträgt **24** mg/l.

Schweflige Säure Destillation

Art.-Nr.:	Anzahl	Artikel
22900 202	1	Antischaum 100 ml
22900 205	1	Bimssteine 30 g
22900 207	2	Bürette 25 ml/ 0,05
22900 208	1	Bürettenklemme
22900 209	1	Bürettenhalter 2-fach
22900 212	1	Destillierrohr schwefl. Säure
22900 214	1	Dosierzylinder 2 ml
22900 216	2	Dosierzylinder 10 ml
22900 220	1	Erlenmeyerkolben Enghals 100 ml Borosilikatglas 3.3
22900 221	1	Erlenmeyerkolben Enghals 200 ml Borosilikatglas 3.3
22900 225	1	Infrarot-Brenner
22900 258	1	Magnetstab L/D 20/6
22900 283	1	Spritzflasche 250 ml
22900 244	2	Stativplatte 150 x 300 mm
22900 273	2	Stativstab 600 x 12 mm
22900 246	2	Stehkolben 100 ml NS 19/26 Duran
22900 250	1	Vollpipette 10 ml