

Wir begleiten
Ihre erfolgreiche
Getränkeherstellung

**SCHLISSMANN
SCHWÄBISCH HALL**



Tel. 07 91 - 9 71 91-0 • Fax 9 71 91-25
C. Schliessmann Kellerei-Chemie GmbH & Co.KG
Auwiesenstr. 5 • D-74523 Schwäbisch Hall

Getränkeanalytik

Bestimmung von SO₂ und der Gesamtsäure

Stand 01/2000

Seite 1/4

Allgemeine Hinweise zur SO₂-Bestimmung:

- SO₂ kommt in Wein frei und an verschiedenen Inhaltsstoffen gebunden vor. Freies und gebundenes SO₂ ergeben das Gesamt-SO₂
- Bei der iodometrischen Bestimmung des freien SO₂ werden auch Ascorbinsäure und andere Reduktone miterfasst. Sofern dem Getränk keine Ascorbinsäure zugesetzt wurde, genügt die einfache Titration mit Jodid-Jodat-Lösung. Enthält die Probe zugesetzte Ascorbinsäure, so ist deren Gehalt zu ermitteln und vom Analysenwert der SO₂-Bestimmung abzuziehen.
- Die SO₂-Bestimmung hat immer unmittelbar nach Öffnen der Probenflasche zu erfolgen. Kohlensäurehaltige Getränke dürfen aufgrund des damit verbundenen SO₂-Verlusts nicht ausgeschüttelt werden. Falls derartige Proben wegen Schaumbildung nicht pipettiert werden können, ist das Probenvolumen mit einem Messzylinder abzumessen.
- Die Titration des freien SO₂ soll bei Raumtemperatur (20°C) erfolgen. Die zu untersuchende Probe ist ebenfalls auf 20°C zu temperieren. Höhere Temperaturen ergeben überhöhte, niedrigere Temperaturen zu geringe Messergebnisse.
- Die Titration des Gesamt-SO₂ erfolgt nach einfacher oder doppelter Hydrolyse des in der Probe gebundenen SO₂ durch Laugenzusatz (Verseifung). Nach entsprechender Reaktionszeit wird das als Natriumsalz vorliegende SO₂ in die freie Form überführt und mit Jodid-Jodat-Lösung titriert. Bei doppelter Hydrolyse wird die Rückbindung des freigesetzten SO₂ erneut gespalten und das so zusätzlich entstehende SO₂ durch nochmalige Titration erfasst.

Titration des freien SO₂, vereinfacht mit Stärke-Säure-Lösung:

- 25 ml der zu untersuchenden Probe in Erlenmeyer-Kolben pipettieren (bei leicht eintauchender Pipettenspitze).
- 10 ml Stärke-Säure-Lösung mittels Dosierzylinder zukippen.
- Kolbeninhalt unter leichtem Schwenken des Kolbens mit 1/128 n Jodid-Jodat-Lösung titrieren, bis die auftretende Blaufärbung ca. 10 Sekunden lang bestehen bleibt.
- Bürettenwert ablesen.

Gehalt freies SO₂ in mg/l = Titrierlösung in ml x 10

Die Titration kann auch mit 50 ml Untersuchungsflüssigkeit, 10 ml Stärke-Säure-Lösung und 1/64 n Jodid-Jodat-Lösung durchgeführt werden. Die Berechnung erfolgt wie oben angegeben.

Titration des freien SO₂ mit getrennter Zugabe von Säure und Stärke:

- 25 ml Untersuchungsflüssigkeit in Erlenmeyer-Kolben pipettieren (bei leicht eintauchender Pipettenspitze).
- 10 ml 25%ige Schwefelsäure mittels Dosierzylinder zugeben.
- ca. 10 Tropfen Stärke-Lösung zufügen.
- Kolbeninhalt unter leichtem Schwenken des Kolbens mit 1/128 n Jodid-Jodat-Lösung titrieren, bis die auftretende Blaufärbung ca. 10 Sekunden bestehen bleibt.
- Bürettenwert ablesen.

$$\text{Gehalt freies SO}_2 \text{ in mg/l} = \text{Titrierlösung in ml} \times 10$$

Tief dunkle Rotweine müssen vor oder über einer Lichtquelle (Gelblicht), unter Verdoppelung oder Verdreifachung des Stärkezusatzes titriert werden.

Bestimmung der Reduktone / Ascorbinsäure:

Bei Anwesenheit von Ascorbinsäure und Reduktionen wird in einer zweiten Untersuchung des gleichen Weines zunächst das freie SO₂ durch Glyoxal gebunden und danach die Ascorbinsäure und Reduktone iodometrisch erfasst. Der Wert der zweiten Titration vom Wert der ersten Untersuchung abgezogen, und die Differenz mit dem Faktor 10 multipliziert, ergibt den wirklichen Gehalt an freiem SO₂.

- 25 ml Untersuchungsprobe in Erlenmeyer-Kolben pipettieren.
- 2 ml Glyoxallösung mittels Dosierzylinder zukippen und Kolbeninhalt mischen.
- Nach ca. 5 Minuten 10 ml 25%ige Schwefelsäure und ca. 10 Tropfen Stärke-Lösung zudosieren.
- Unter leichtem Schwenken des Kolbens den Kolbeninhalt zügig mit 1/128 n Jodid-Jodat-Lösung titrieren, bis die auftretende Blaufärbung ca. 10 Sekunden lang bestehen bleibt.

$$\text{Ascorbinsäure in mg/l} = \text{Titrierlösung in ml} \times 27,5$$

Der Wert für die Ascorbinsäure hat lediglich orientierenden Charakter, da er weitere vorhandene Reduktone einschließt.

Die Titrations können auch mit 50 ml Untersuchungsflüssigkeit, 1/64 n Jodid-Jodat-Lösung und den genannten Reaktionslösungen durchgeführt werden. Die Berechnung des freien SO₂ erfolgt analog dem o.g. Rechengang.

Titration des gesamten SO₂ (einfache Hydrolyse):

- 10 ml 2 n Natronlauge in Erlenmeyer-Kolben kippen (Dosierzylinder).
- 25 ml Probe zupipettieren (bei leicht eintauchender Pipettenspitze).
- Kolbeninhalt unter leichtem Schwenken mischen und 5 Minuten stehen lassen.
- 10 ml 25%ige Schwefelsäure zukippen (Dosierzylinder).
- ca. 10 Tropfen Stärke-Lösung zugeben.
- Unter leichtem Umschwenken des Kolbens den Kolbeninhalt zügig mit 1/128 n Jodid-Jodat-Lösung titrieren, bis die auftretende Blaufärbung ca. 10 Sekunden lang bestehen bleibt.
- Bürettenwert ablesen.

$$\text{Gesamt-SO}_2 \text{ in mg/l} = \text{Titrierlösung in ml} \times 10$$

Die Titration kann mit 50 ml Untersuchungsprobe sowie 1/64 n Titrationslösung und den angegebenen Chemikalien ausgeführt werden. Die Berechnung des Gesamt-SO₂ bleibt unverändert.

Titration des gesamten SO₂ (doppelte Hydrolyse):

- 10 ml 2 n Natronlauge in Erlenmeyer-Kolben kippen (Dosierzylinder).
- 25 ml Probe zupipettieren (bei leicht eintauchender Pipettenspitze).
- Kolbeninhalt unter leichtem Schwenken mischen und 5 Minuten stehen lassen.
- 10 ml 25%ige Schwefelsäure zukippen (Dosierzylinder).
- ca. 10 Tropfen Stärke-Lösung zugeben.
- Unter leichtem Umschwenken des Kolbens den Kolbeninhalt zügig mit 1/128 n Jodid-Jodat-Lösung grob titrieren, bis die auftretende Blaufärbung einige Sekunden bestehen bleibt (scharf austitriert wird nach der zweiten Hydrolyse).
- 2 x 10 ml (20 ml) 2 n Natronlauge zukippen (Dosierzylinder).
- Nach ein- oder zweimaligem Umschwenken Kolben ca. 2 Minuten stehen lassen.

- Danach 10 ml 25%ige Schwefelsäure zukippen (Dosierzylinder).
- ca. 10 Tropfen Stärke-Lösung beifügen.
- Unter leichtem Umschwenken des Kolbens den Kolbeninhalt zügig mit 1/128 n Jodid-Jodat-Lösung scharf austitrieren (die Blaufärbung muss ca. 10 Sekunden lang bestehen bleiben).
- Bürettenwert ablesen, bei Analysen-Serien Verbrauch der ersten und zweiten Titration addieren.

$$\text{Gesamt-SO}_2 \text{ in mg/l} = \text{Titrierlösung in ml} \times 10$$

Die Titration kann mit 50 ml Untersuchungsprobe sowie 1/64 n Titrationslösung und den angegebenen Chemikalien ausgeführt werden. Die Berechnung des Gesamt-SO₂ bleibt unverändert.

Titration der Gesamtsäure:

Als Gesamtsäure (titrierbare Gesamtsäure) gilt die Summe der in einem Getränk vorhandenen freien Säuren mit Ausnahme von Kohlensäure. Aus kohlen-säurehaltigen Getränken ist diese vor der Titration der Gesamtsäure durch kräftiges Schütteln oder Erhitzen bis zum beginnenden Sieden zu entfernen.

Reicht die Bürettenskala für eine Titration nicht aus, wird nach Notierung des Zwischenwertes und erneutem Auffüllen der Bürette weitertitriert.

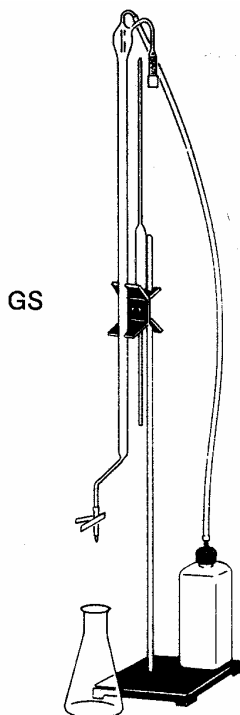
- 25 ml der zu untersuchenden Probe in Erlenmeyer-Kolben pipettieren.
- Unter Schwenken des Kolbens die Untersuchungsprobe mit 1/3 n Blaulauge bis zum Farbumschlag nach Blau titrieren.
- Bürettenwert ablesen.

$$\text{Gesamtsäure}^* \text{ in g/l} = \text{Verbrauch Lauge in ml}$$

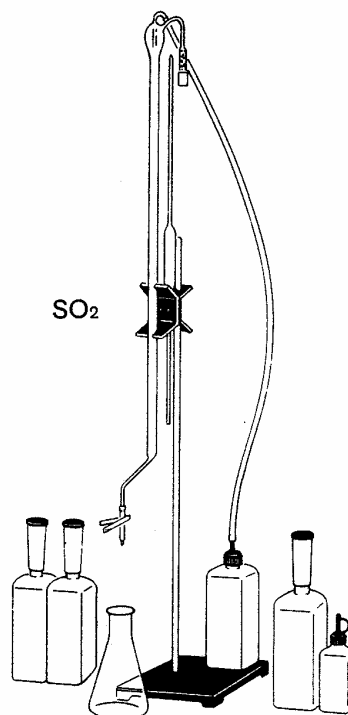
**berechnet als Weinsäure*

Die Nähe des Neutralpunktes (pH 7.0) ist bei der Titration hellfarbiger Getränke am Farbumschlag von gelb auf grün zu erkennen. Der Neutralpunkt ist erreicht im Moment des Farbumschlags von dunkelgrün auf blau. Bei dunkelfarbigem Getränken ergibt sich ein Titrationsendpunkt „Schmutziggrau“. Es empfiehlt sich die Verwendung von Lackmuspapier als Indikator. Blaues Lackmuspapier zeigt Säure (Rotfärbung), rotes Lackmuspapier Alkalität (Blaufärbung) an, d.h. blaues Lackmuspapier reagiert durch Rotfärbung bis zum Neutralwert pH 7.0, rotes Lackmuspapier reagiert durch Blaufärbung ab dem Neutralwert pH 7.0. Blaulauge stört die Reaktion nicht.

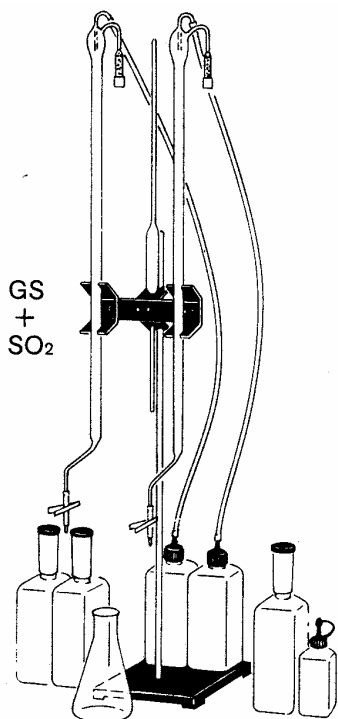
Titriergeräte für Gesamtsäure + SO₂



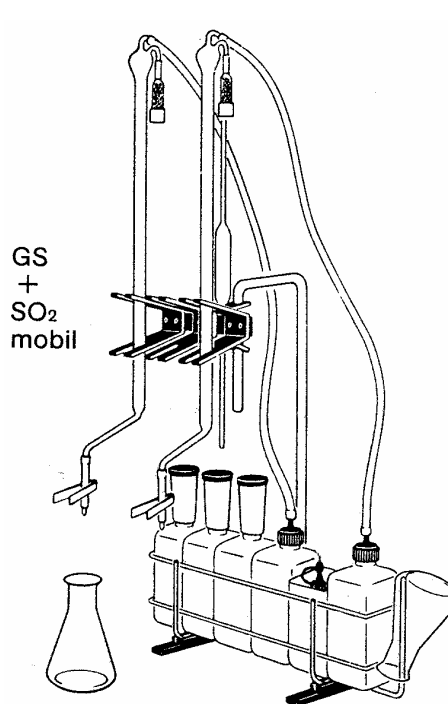
Titriergerät GS
für Gesamtsäure
mit Automatik-Bürette



Titriergerät SO₂
für freie + gesamte SO₂
mit Automatik-Bürette



Titriergerät GS + SO₂
für Gesamtsäure + SO₂
mit 2 Automatik-Bürette



Titriergerät GS + SO₂ mobil
für Gesamtsäure + SO₂
mit 2 Automatik-Bürette