

Wir begleiten  
Ihre erfolgreiche  
Getränkeherstellung

Getränkeanalytik

**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

# Bestimmung von SO<sub>2</sub> und der Gesamtsäure

Stand 03\_2021

Seite 1/4

## 1. SO<sub>2</sub>-Bestimmung

### Allgemeine Hinweise:

- SO<sub>2</sub> kommt in Wein frei und an verschiedenen Inhaltsstoffen gebunden vor. Freies und gebundenes SO<sub>2</sub> ergeben das Gesamt-SO<sub>2</sub>
- Bei der iodometrischen Bestimmung des freien SO<sub>2</sub> 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 SO<sub>2</sub>-Bestimmung abzuziehen.
- Die SO<sub>2</sub>-Bestimmung hat immer unmittelbar nach Öffnen der Probenflasche zu erfolgen. Kohlensäurehaltige Getränke dürfen aufgrund des damit verbundenen SO<sub>2</sub>-Verlusts nicht ausgeschüttelt werden. Falls derartige Proben wegen Schaumbildung nicht pipettiert werden können, ist das Probenvolumen mit einem Messzylinder abzumessen.
- Die Titration des freien SO<sub>2</sub> 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-SO<sub>2</sub> erfolgt nach einfacher oder doppelter Hydrolyse des in der Probe gebundenen SO<sub>2</sub> durch Laugenzusatz (Verseifung). Nach entsprechender Reaktionszeit wird das als Natriumsalz vorliegende SO<sub>2</sub> in die freie Form überführt und mit Jodid-Jodat-Lösung titriert. Bei doppelter Hydrolyse wird die Rückbindung des freigesetzten SO<sub>2</sub> erneut gespalten und das so zusätzlich entstehende SO<sub>2</sub> durch nochmalige Titration erfasst.

### Titration des freien SO<sub>2</sub>, 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.

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

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 SO<sub>2</sub> 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 hellen Lichtquelle (Gelblicht), z.T. auch 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 SO<sub>2</sub> 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 SO<sub>2</sub>.

- 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.

Beide Titrations können auch mit 50 ml Untersuchungsprobe und 1/64 n Jodid-Jodat-Lösung, aber unter Beibehaltung der übrigen Reaktionslösungen und deren Volumina durchgeführt werden. Auch die Berechnungen erfolgen unverändert.

**Titration des gesamten SO<sub>2</sub> (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.

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

Auch diese Titration kann mit 50 ml Untersuchungsprobe und 1/64 n Jodid-Jodat-Lösung, aber unter Beibehaltung der übrigen Reaktionslösungen und deren Volumina durchgeführt werden. Die Berechnung des Gesamt-SO<sub>2</sub> erfolgt unverändert.

**Titration des gesamten SO<sub>2</sub> (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.

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

Auch diese Titration kann mit 50 ml Untersuchungsprobe und 1/64 n Jodid-Jodat-Lösung, aber unter Beibehaltung der übrigen Reaktionslösungen und deren Volumina durchgeführt werden. Die Berechnung des Gesamt-SO<sub>2</sub> erfolgt unverändert.

## 2. Bestimmung der Gesamtsäure

### Probenvorbereitung

Die „titrierbare Gesamtsäure“ in Weinen, Mosten, Frucht- und Beerensäften umfasst definitionsgemäß die organischen Säuren Wein-, Äpfel-, Milch- und Zitronensäure. Sie werden durch Titration mit Natronlauge bis zum „Neutralpunkt“ erfasst. Eventuell in der Probe enthaltene Kohlensäure würde einen höheren Gesamt-säuregehalt vortäuschen und muss deshalb vor der Titration entfernt werden. Dies gelingt durch:

- Ausschütteln der Probe in der Kälte unter vermindertem Druck (100 mL Probe in einer 500 mL- oder 1 L-Saugflasche unter Wasserstrahlpumpenunterdruck), bis keine Kohlensäure mehr ausperlt, oder
- durch Erhitzung der zuvor möglichst exakt abgemessenen Probe bis zum beginnenden Sieden, Entgasung im Ultraschallbad und anschließende Abkühlung auf etwa 20°C.

### Titration der Gesamtsäure:

Hinweis für die Untersuchung von Proben mit mehr als 25g Gesamtsäure pro Liter:

Da 25ml Blaulauge für eine Titration bis zum Neutralpunkt nicht ausreichen, muss die Titration unterbrochen und der bis dahin entstandene Verbrauch notiert werden (Zwischenwert in ml). Anschließend füllt man die Bürette wieder vollständig auf und titriert weiter bis zum Neutralpunkt (Endwert in ml). Der „*Verbrauch Lauge in ml*“ ergibt sich dann aus der Summe von Zwischen- und Endwert.

- 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 (s. Hinweis unten).
- Bürettenwert ablesen.

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

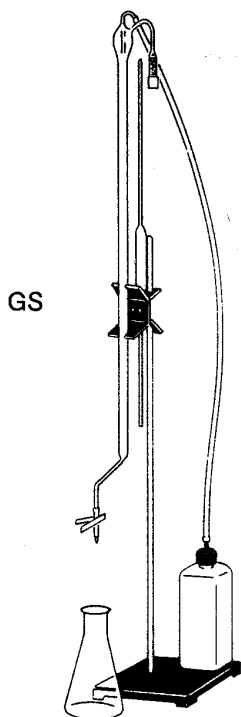
*\*berechnet als Weinsäure*

Die Nähe des Neutralpunktes kündigt sich bei der Titration hellfarbiger Getränke durch den Farbumschlag von gelb auf grün an. Erst im Moment des kurz darauf folgenden Farbumschlags von dunkelgrün auf blau ist der Neutralpunkt von etwa pH 7,3 erreicht.

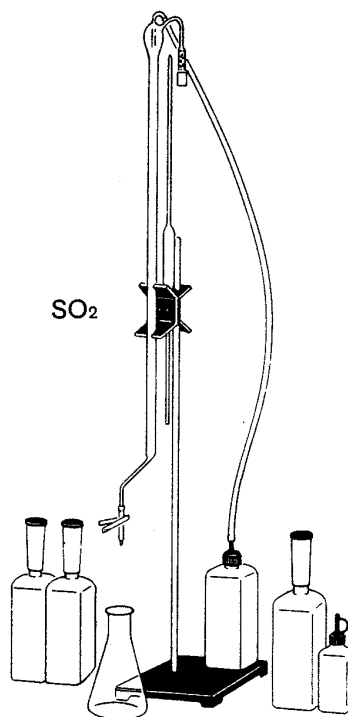
Bei dunkelfarbigen Getränken ergibt sich ein Titrationsendpunkt „Schmutziggrau“. Hier empfiehlt sich die Verwendung von blauem Lackmuspapier als Indikator: Blaues Lackmuspapier färbt sich in Gegenwart von Säure rot. Sobald sich das kurz in die Reaktionsmischung eingetauchte trockene Ende des Papierstreifens (von der Rolle) nicht mehr rot färbt, sondern blau bleibt, ist der Neutralpunkt erreicht.

Der in der Blaulauge enthaltene Farbindikator stört diese Reaktion nicht.

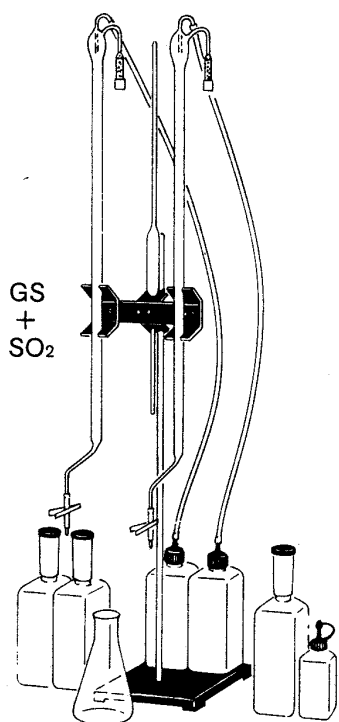
## Titriergeräte für Gesamtsäure + SO<sub>2</sub>



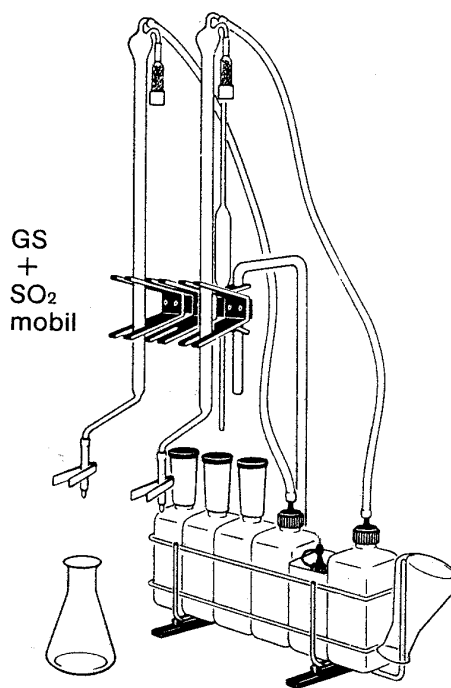
**Titriergerät GS** (Art.-Nr. 1030)  
für Gesamtsäure  
mit Automatik-Bürette



**Titriergerät SO<sub>2</sub>** (Art.-Nr. 1031)  
für freie + gesamte SO<sub>2</sub>  
mit Automatik-Bürette



**Titriergerät GS + SO<sub>2</sub>**  
(Art.-Nr. 1032)  
für Gesamtsäure + SO<sub>2</sub>  
mit 2 Automatik-Büretten



**Titriergerät GS + SO<sub>2</sub> mobil**  
(Art.-Nr. 1033)  
für Gesamtsäure + SO<sub>2</sub>  
mit 2 Automatik-Büretten