

Wir begleiten
Ihre erfolgreiche
Getränkeherstellung

**SCHLISSMANN
SCHWÄBISCH HALL**



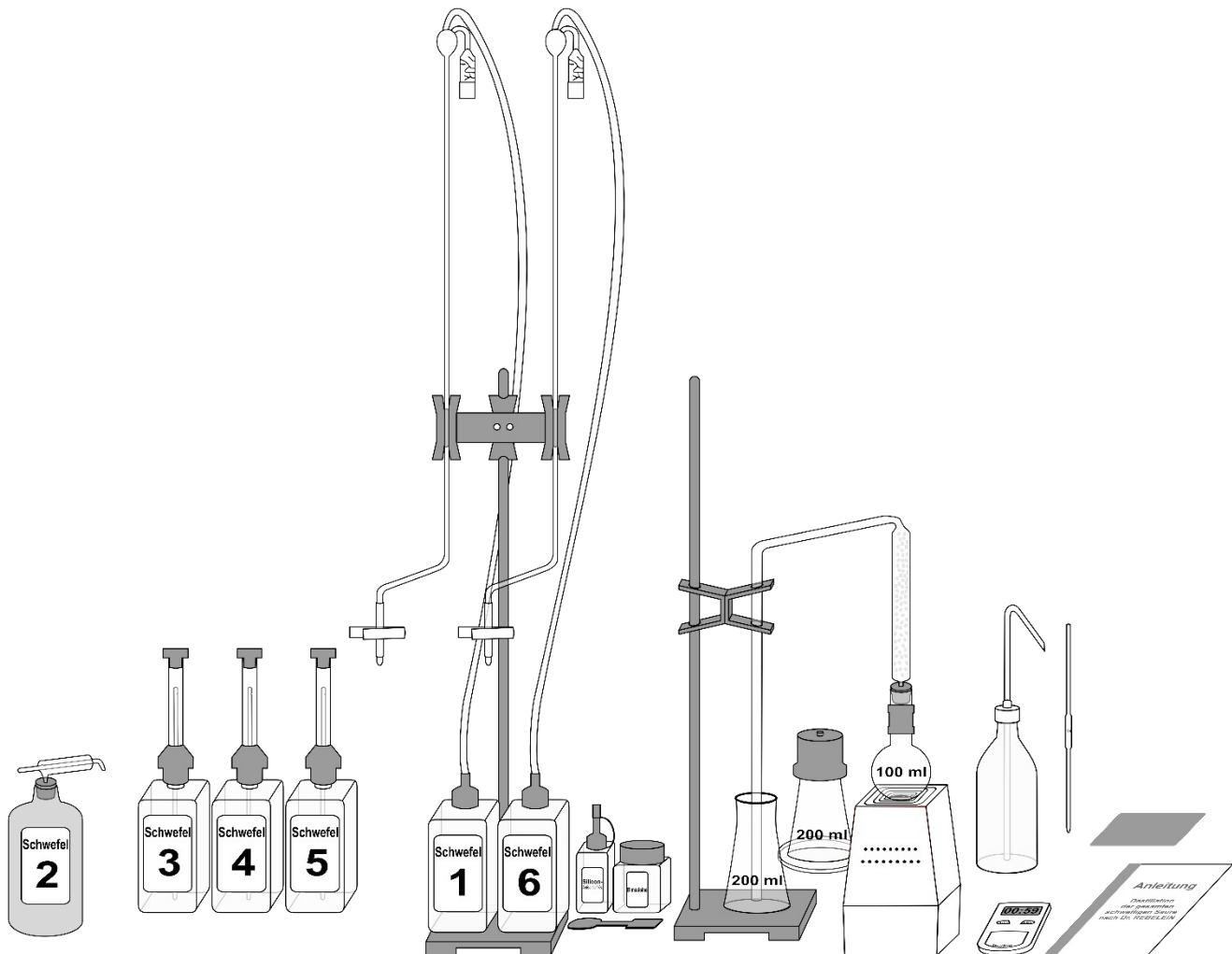
Tel. 07 91 - 9 71 91-0 • Fax 9 71 91-25
C. Schliessmann Kellerei-Chemie GmbH & Co.KG
Auwiesenstr. 5 • D-74523 Schwäbisch Hall

Getränkeanalytik

Distillation de l'acide sulfureux total selon le Dr. REBELEIN

Version 09_2020

Page 1/4



Détermination du SO₂ total après distillation :

- Préchauffer l'appareil de chauffage de laboratoire INFRAROT pendant environ 5 minutes.
- Vérifier les burettes. Le ménisque des solutions doit reposer sur la marque supérieure des burettes.
- Éliminer les gouttes des robinets des burettes. Remplir le cylindre de dosage.
- Verser 50,0 ml de "Schwefel 1" dans le ballon de réaction (200 ml d'erenmeyer), racler le robinet de burette sur la paroi intérieure du ballon et placer le ballon sous le tube de distillation.
- Dans 100 ml de ballon à fond plat (ballon à distiller), ajouter une cuillère à spatule rase de pierre ponce, 1-2 gouttes de solution d'antimousse de silicone et 2 ml de "Schwefel 2" (pipette basculante).
- Ajouter 10,0 ml de liquide à analyser (pipette à souffler). Veuillez consulter le chapitre "Technique de pipetage correcte".
- Ajouter 10 ml de "Schwefel 3" par basculement (cylindre de dosage) et raccorder immédiatement le piston de manière étanche au bouchon en silicone du tube de distillation.
- Faire pivoter le ballon de distillation sur l'appareil de chauffage de laboratoire INFRAROT et abaisser le tube de distillation jusqu'au fond du ballon de réaction. Si nécessaire, placer une rondelle en aluminium sous le ballon de réaction pour le mettre à niveau.
- Régler le compteur de temps court sur 3 min, distiller.
- Après la distillation, relever le support avec le tube de distillation de 5 à 10 cm et faire pivoter le tube de 180° sur le côté, retirer le ballon de distillation et bien rincer le liquide adhérant au tube de distillation avec de l'eau distillée. Rincer le liquide dans le ballon de réaction.
- Placer le capuchon en caoutchouc sur le ballon de réaction, mettre le ballon dans la boîte de Pétri et le refroidir avec de l'eau du robinet.
- Dans le liquide refroidi à température ambiante (après 2-3 minutes), verser 10 ml de "Schwefel 4" et 10 ml de "Schwefel 5" dans l'ordre indiqué en mélangeant le ballon (cylindre de dosage).
- Titrer le liquide d'un bleu profond avec du "Schwefel 6" pour obtenir une décoloration. Lire la valeur de la burette.
Exemple : Le ménisque de la solution de titrage se trouve à 232. L'échantillon analysé contient 232 mg/l de SO₂ total.
- Remplir les burettes pour la prochaine détermination jusqu'au repère de départ. Ne pas laisser les burettes vides ou partiellement vides.

Préparation des échantillons:

Le gaz carbonique ne doit pas être éliminé du liquide à analyser par agitation et filtration, car cela entraînerait également une perte de SO₂. Si nécessaire, mesurer l'échantillon avec précision à l'aide d'une éprouvette graduée.

L'ajout de 1 à 2 gouttes de solution antimousse de silicone permet d'éviter le moussage pendant la distillation. Si le liquide sort du ballon de distillation, distiller environ 10 ml d'eau distillée pour nettoyer le tube de distillation.

Technique de pipetage correcte :

Toujours pré-rincer la pipette avec le liquide à analyser ! Aspirer le liquide à environ 2 cm au-dessus du repère annulaire, sécher la pipette avec un tissu en cellulose, l'ajuster au repère en plaçant la pointe contre la paroi d'un bécher spécialement mis à disposition pour évacuer l'excédent de liquide, puis l'essuyer. Introduire le contenu de la pipette sans perte, en immergeant légèrement la pointe de la pipette dans l'eau présentée. Une fois le liquide écoulé, placer la pointe de la pipette contre la paroi du ballon à environ 2 cm au-dessus du niveau, souffler dans la pipette après environ 15 secondes et racler la pointe de la pipette.

Titration à blanc pour le contrôle des solutions :

Faire couler 50,0 ml de "Schwefel 1" dans 200 ml d'erenmeyer, ajouter 10 ml de "Schwefel 4" et 10 ml de "Schwefel 5" et titrer le liquide avec du "Schwefel 6" pour obtenir une décoloration. Il faut déterminer une teneur totale en SO₂ de 0 mg/l dans une tolérance d'environ ± 2 mg/l.

Remarques sur la méthode d'analyse :

Lors du dosage, l'acide sulfureux est propulsé quantitativement dans un mélange d'oxydation maintenu alcalin et, après acidification, l'oxydant non consommé est titré en retour.

Le tube de distillation du SO₂ pourrait également être utilisé pour la détermination de l'alcool. Il est toutefois préférable d'utiliser à cet effet le tube de distillation d'alcool avec des billes de verre. Le méthanol ajouté en excès lors de la distillation du SO₂ sert d'agent d'entraînement et occupe durablement la colonne de distillation. Si l'on voulait effectuer un dosage d'alcool après un dosage de SO₂ avec le même appareil, il faudrait auparavant chasser le méthanol présent dans la colonne par une distillation de l'eau pendant 10 minutes.

Détermination du SO₂ libre sans tenir compte des réductones et de l'acide ascorbique :

- Introduire à la pipette 10,0 ml d'échantillon dans un ballon à fond plat de 100 ml.
- Ajouter 10 ml de "Schwefel 3" et 10 ml de "Schwefel 4" dans l'ordre indiqué en retournant le ballon.
- Titrer avec "Schwefel 1" jusqu'à ce qu'une faible coloration bleue persiste pendant au moins 30

- secondes. (Les réductones et l'acide ascorbique s'oxydent plus lentement que le SO₂, c'est pourquoi la coloration bleue qui apparaît au début disparaît rapidement en leur présence. Cette titration "tirante" n'est terminée que lorsque la coloration bleue est stable pendant au moins 30 secondes.
- Multiplier la valeur de la burette par le facteur 10. Cette valeur indique la teneur en SO₂ libre avec les ions réducteurs et l'acide ascorbique en mg/l.
Exemple : le ménisque de la solution de titrage se trouve à 2,5 ml. L'échantillon analysé contient 2,5 x 10 = 25 mg/l de SO₂ libre.

Détermination spécifique du SO₂ libre avec prise en compte des réductones et de l'acide ascorbique :

Variante 1:

Il faut déterminer en 2 opérations :

1 a) SO₂ libre avec des réductones et de l'acide ascorbique selon la méthode ci-dessus

1 1.b) les réductones et l'acide ascorbique seuls.

La différence 1 a) - 1 b) donne la teneur en SO₂ libre véritable.

1 b) Détermination des réductones et de l'acide ascorbique :

- Introduire à la pipette 10,0 ml d'échantillon dans 100 ml de ballon à fond plat.
- Ajouter 2 ml de solution de glyoxal et agiter légèrement (le glyoxal lie le SO₂ libre).
- Après 5 minutes, ajouter 10 ml de "Schwefel 3" et 10 ml de "Schwefel 4" en agitant.
- Titrer avec "Schwefel 1" jusqu'à ce qu'une faible coloration bleue persiste pendant au moins 30 secondes.
- Multiplier la valeur de la burette par 10. Cette valeur indique les réductones et l'acide ascorbique en mg/l.

Calcul du SO₂ libre réel :

SO ₂ , Réductones, Acide ascorbique (1 a)	66 mg/l
Réductones, Acide ascorbique (1 b)	- 18 mg/l
SO ₂ libre réel	48 mg/l

Variante 2:

Le SO₂ lié restant après l'oxydation du SO₂ libre, des réductones et de l'acide ascorbique est distillé et sa valeur est soustraite du résultat du SO₂ total. Cette méthode est particulièrement adaptée aux liquides de couleur sombre.

- Introduire à la pipette 10,0 ml de l'échantillon dans un ballon à fond plat de 100 ml.
- Ajouter 10 ml de "Schwefel 3" et 10 ml de "Schwefel 4" dans l'ordre indiqué en retournant le ballon.
- Titrer avec "Schwefel 1" jusqu'à ce qu'une faible coloration bleue persiste pendant au moins 30 secondes.
- Ajouter au liquide titré dans le ballon de 100 ml une cuillerée à spatule rase de pierre ponce, 1-2 gouttes de solution d'antimousse de silicone et 2 ml de "Schwefel 2", puis raccorder le ballon au tube de distillation.
- Faire couler 50,0 ml de "Schwefel 1" dans un erlenmeyer de 200 ml et placer le ballon sous le tube de distillation, faire pivoter le ballon de distillation de 100 ml sur le brûleur et faire rentrer le tube de distillation jusqu'au fond du ballon de réaction de 200 ml.
- En raison de la quantité de liquide augmentée par rapport à une distillation de SO₂ total, régler le compteur de temps court sur 4 minutes, distiller.
- Relever le tube de distillation, retirer le ballon de distillation de 100 ml et ajouter le liquide adhérent à la sortie du tube de distillation à l'aide d'eau distillée. Rincer le liquide dans le ballon de réaction de 200 ml.
- Placer le capuchon en caoutchouc sur le ballon de réaction de 200 ml, mettre le ballon dans la boîte de Pétri et le refroidir à température ambiante avec de l'eau du robinet.
- Introduire 10 ml de "Schwefel 4" et 10 ml de "Schwefel 5" dans l'ordre indiqué en retournant le ballon.
- Titrer le liquide avec "Schwefel 6" pour obtenir une décoloration. La valeur de la burette indique la teneur en SO₂ lié en mg/l.

Calcul du SO₂ libre spécifique selon la variante 2 :

Pour déterminer le SO₂ libre spécifique (sans acide ascorbique ni réductones), il faut soustraire la valeur obtenue pour le SO₂ lié de celle trouvée pour le SO₂ total. La différence est le SO₂ libre spécifique.

Exemple:

SO ₂ total déterminé	280 mg/l
SO ₂ lié déterminé	- 245 mg/l
SO ₂ libre calculé	35 mg/l

Distillation du SO₂ selon Rebelein - Nomenclature -

Accessoires nécessaires*:

- 1 appareil de chauffage infrarouge de laboratoire (avec instructions)
- 1 réveil de laboratoire -digital-

Appareil de distillation et de titrage :

- Appareil de distillation et de titrage :
- 2 trépieds avec tiges de trépied 600 x 12 mm
- 1 tube de distillation SO₂ (avec bagues Raschig) avec bouchon en silicone 21/16x25 mm
- 1 support de tube de distillation
- 1 burette Automatikus 50 ml TTS pour "Schwefel 1"
- 1 burette Automatikus "Distillation SO₂ selon Dr. Rebelein" TTS pour "Schwefel 6"
- 1 porte-burette 10 - 14 / 12
- 1 pipette pleine à souffler 10 ml pour échantillon à analyser
- 1 pipette basculante 2 ml avec bouchon silicone 33/28 mm pour "Schwefel 2".
- 3 cylindres de dosage 10 ml pour "Schwefel 3", "Schwefel 4" et "Schwefel 5".
- 2 ballons verticaux de longueur moyenne 100 ml, NS 19/26 avec protection thermique (ballons à distiller)
- 2 fioles Erlenmeyer à col étroit 200 ml (fioles de réaction)
- 1 disque en aluminium 130 x 130 x 2,5 mm pour la mise à niveau du ballon de réaction ou de l'appareil de chauffage infrarouge de laboratoire
- 1 bouchon en caoutchouc taille 4a comme capuchon
- 1 boîte de Pétri d'env. 95 mm Ø
comme récipient de réglage pour la cuve de réaction lors du refroidissement avec de l'eau du robinet
- 1 flacon pulvérisateur en poly avec bouchon pulvérisateur 500 ml pour eau distillée
- 1 x pierres ponce pour l'analyse
- 1 cuillère pour pierres ponce
- 1 x 100 ml de solution antimousse de silicone pour la distillation
- 1 dossier de matériel d'information

Equipement initial de réactifs* :

- Schwefel 1 500 ml en bouteille poly
- Schwefel 2 500 ml en bouteille verre
- Schwefel 3 500 ml en bouteille poly
- Schwefel 4 500 ml en bouteille poly
- Schwefel 5 500 ml en bouteille poly
- Schwefel 6 500 ml en bouteille poly

Besoin par Analyse:

- (50,0 ml / Burette)
- (2 ml / Pipette à bascule)
- (10 ml / Cylindre de dosage)
- (10 ml / Cylindre de dosage)
- (10 ml / Cylindre de dosage)
- (variable / Burette)

Accessoires recommandés* :

- Support d'égouttage pour verres, fioles, cylindres
- Portoir pour pipettes en polypropylène

* Ces articles ne sont pas compris dans le prix total de l'appareil de distillation et de titration !