

Bestimmung der freien und gesamten schwefeligen Säure (Titrationsverfahren)

1. Bestimmung der gesamten schwefeligen 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 Natronlauge freigesetzt und oxidiert. Der Überschuss an Oxidationsmittel wird bestimmt und daraus der Gehalt an gesamter schwefeliger Säure berechnet.

Büretten auf vollständige Füllung überprüfen, Tropfen von den Bürettenhähnen entfernen. Automatische Abmeßpipetten auffüllen und bereitstellen.

10 ml 1 N Natronlauge (S11) in einen 200 ml Erlenmeyer kippen (autom. Messpipette).

25 ml des zu untersuchenden Getränkes zupipettieren, Pipettenspitze sollte dabei in die vorgelegte Natronlauge eintauchen (allgemeine Hinweise zur Pipettiertechnik beachten).

25 ml Kaliumjodat-S2 (S22) zusetzen.

In einem Guß und unter Umschwenken des Kolbens zunächst 10 ml Schwefelsäure 16% (S33) zudosieren (autom. Abmesspipette) und sofort nach Blaufärbung 10 ml Stärkelösung-S (S44) zufügen.

Mit Natriumthiosulfatlösung-S2 (S55) bis zur Wiederherstellung der ursprünglichen Weinfarbe titrieren.

Verbrauchte Menge Thiosulfatlösung an der Bürette ablesen und notieren.

Büretten für die nächste Bestimmung auffüllen.

Zur Berechnung der gesamten schwefeligen Säure wird die verbrauchte Menge Thiosulfatlösung mit 20 multipliziert und das Ergebnis von 500 abgezogen:

Beispiel: Die verbrauchte Menge Thiosulfatlösung beträgt **7,2** ml. Die gesamte schweflige Säure wird dann wie folgt berechnet:

$$\begin{array}{rcl} 1. & 7,2 \times 20 & = 144 \\ 2. & 500 - 144 & = 356 \end{array}$$

d.h. der Gehalt an gesamter schwefeliger Säure beträgt **356** mg/l. Diese Vorschrift gilt für Gehalte bis max. 500 mg/l.

Um Titrationslösung zu sparen gibt man bei Gehalten unter 250 mg SO₂/l statt 25 ml Kalium-jodat-S2 nur 12,5 ml Lösung zu. Ansonsten wird wie oben beschrieben verfahren. Zur Berechnung der gesamten schwefeligen Säure muß dann im Rechenschritt 2 (s.o.) die Zahl 500 durch **250** ersetzt werden.



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 schweflige Säure verbraucht ist und keine Reduktion mehr erfolgt. Aus dem Verbrauch an Jodlösung wird der Gehalt an freier schwefliger Säure berechnet. Im Wein vorhandene Ascorbinsäure und Reduktone werden dabei miterfasst.

25 ml Untersuchungsflüssigkeit in einen 200 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.

Unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml Schwefelsäure 16% (S33) und Stärkelösung-S (S44) zugeben.

Mit Kaliumjodat-S2 (S22) titrieren bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt.

Verbrauchte Menge Jodatlösung notieren. Mit 20 multipliziert ergibt dieser Wert den Gehalt an freier SO₂:

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

$$1. \quad 3,6 \times 20 = 72$$

d.h. der Gehalt an freier schwefliger Säure beträgt **72** 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.

25 ml Untersuchungsflüssigkeit in einen 200 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.

2 ml Glyoxallösung 40 % zupipettieren.

5 Minuten warten.

Unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml Schwefelsäure 16% (S33) und Stärkelösung-S (S44) zugeben.

Mit Kaliumjodat-S2 (S22) titrieren bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt..

Verbrauchte Menge Jodatlösung notieren. Dieser Wert ergibt mit 20 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 **0,9** ml Jodatlösung verbraucht.

$$\begin{array}{l} 1. \quad 0,9 \times 20 = 18 \\ 2. \quad 72 - 18 = 54 \end{array}$$

d.h. der Gehalt an echter freier SO₂ beträgt **54** mg/l.

Schweflige Säure (Titration)

Art.-Nr.:	Anzahl	Artikel
22900 207	2	Bürette 25 ml/ 0,05
22900 209	1	Bürettenhalter 2-fach
22900 216	2	Dosierzylinder 10 ml
22900 221	1	Erlenmeyerkolben Enghals 200 ml Borosilikatglas 3.3
22900 283	1	Spritzflasche 250 ml
22900 244	1	Stativplatte 150 x 300 mm
22900 273	1	Stativstab 600 x 12 mm
22900 251	1	Vollpipette 25 ml