

Bestimmung von SO₂ in wine

Beschreibung

Bestimmung von freiem und Gesamt-SO₂ in Wein ohne Destillation durch bi-amperometrische Titration mit Iod.

Diese Anwendung ist für Wein geeignet. Andere Proben wie Fruchtsäfte können je nach Zusammensetzung zu hohen Ergebnissen liefern. Freies SO₂ liegt als SO₂, SO₃²⁻, HSO₃⁻ oder H₂SO₃ vor. Gebundenes SO₂ ist stark an reaktive Verbindungen des Weins wie Aldehyde gebunden, es kann mit NaOH hydrolysiert werden. Das gesamte SO₂ ist die Summe aus freiem und gebundenem SO₂.

Die Referenzmethode für die SO₂-Bestimmung ist eine Destillationsmethode.

Das Ergebnis wird in mg SO₂/l berechnet.

Geräte

Titrator	TL 7000 oder höher
Elektrode	Pt 1200 oder Pt 1400 oder ähnlich
Kabel	L 1 NN
Stirrer	Magnetic stirrer TM 235 oder ähnlich
Laborgeräte	Becherglas 100 mL
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Iod-Lösung 0.01 oder 0.025 mol/l oder N/128.
2	Kalium-Iodid 5%
3	Schwefelsäure 25%
4	Natriumhydroxid 2 mol/l
6	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten von analytischer Qualität oder besser sein.	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Iodlösung 0,01 mol/l

Es wird empfohlen, eine gebrauchsfertige 0,1 mol/l oder 0,05 mol Lösung zu verwenden und diese auf 0,01 mol/l oder 0,005 mol/l zu verdünnen.

Die Titerbestimmung erfolgt wie in der Applikationsschrift "Titer Iod" beschrieben.

KI-Lösung 5%

5 g KI werden in eine 100-ml-Messflasche gegeben, in destilliertem Wasser aufgelöst und auf 100 ml aufgefüllt.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit Wasser abgespült. Die Elektrode wird sauber und trocken gelagert.

Vorbereitung der Probe

1. Freies SO₂

25 ml der Probe werden in ein Becherglas gegeben, 10 ml H₂SO₄ 25% und 10 ml KI-Lösung 5% werden hinzugefügt. Die Lösung wird sofort mit Iod-lösung titriert. Eine (zu) lange Wartezeit zwischen der Zugabe von H₂SO₄ und KI kann zu falschen Ergebnissen führen, da das SO₂ verloren geht.

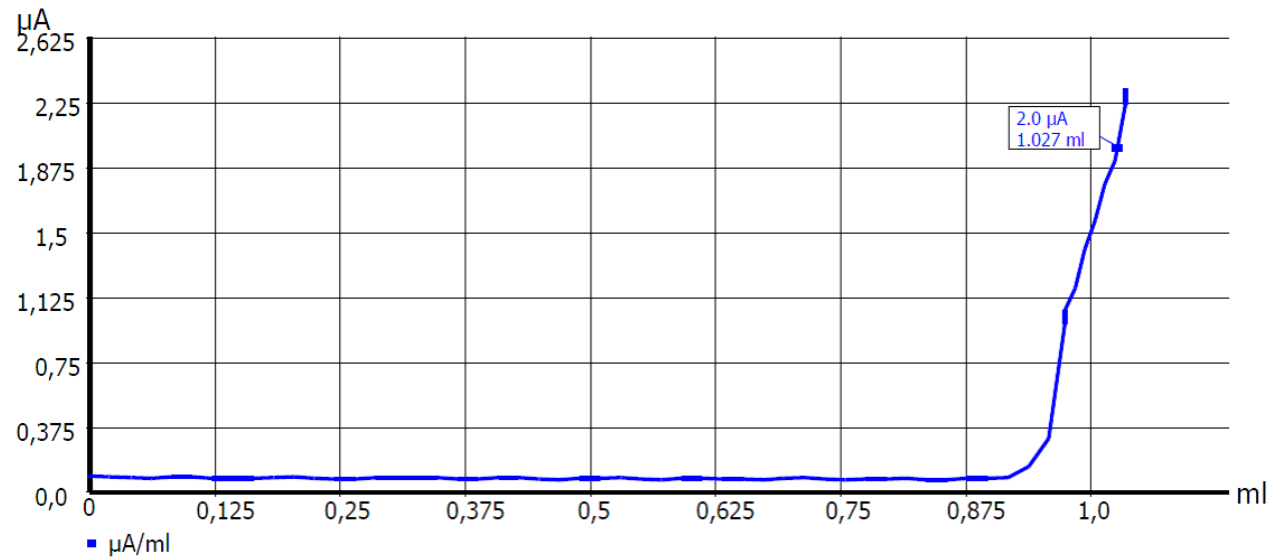
2. Gesamt-SO₂

25 ml der Probe werden in ein Becherglas gegeben, 10 ml NaOH 2 mol/l werden hinzugefügt und mit der Probe vermischt, um das gebundene SO₂ zu hydrolysieren. Anschließend lässt man die Mischung 5 Minuten lang ohne Rühren reagieren. Danach werden 10 ml H₂SO₄ 25% und 10 ml KI-Lösung 5% zugegeben. Die Lösung wird sofort mit Iod-lösung titriert. Eine (zu) lange Wartezeit zwischen der Zugabe von H₂SO₄ / KI kann zu falschen Ergebnissen aufgrund eines Verlustes des SO₂ führen.

Für eine höhere Genauigkeit der Titration kann eine Doppelhydrolyse sinnvoll sein, um das gesamte gebundene SO₂ in der Probe zu erhalten: Zu der fertig titrierten Lösung aus der ersten Hydrolyse werden 10 ml NaOH 2 mol/l zugegeben und mit der Probe vermischt. Dann lässt man die Mischung 5 Minuten lang ohne Rühren reagieren. Danach werden 10 ml H₂SO₄ 25% zugegeben. Die Lösung wird sofort mit Iod-lösung titriert. Die Summe des Verbrauchs der ersten und der zweiten Titration wird für die Berechnung des Gesamt-SO₂ verwendet.

Titration
parameter

Probe Titration



Default method	SO2 in wine		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	d-stop		
Messwert	µA		
Messgeschwindigkeit/ Drift	Benutzerdefiniert	Feste Verzögerungszeit	1 s
Startwartezeit	0 s	Polarisations-Spannung	100 mV
Schrittweite	0.04 ml		
Dämpfung	stark	Titationsrichtung	steigend
Vortitration	Aus	Verzögerungszeit	0 s
Endwert	Aus		
Endpunkt	2.0 µA	Delta-Endpunkt	1.5µA
Max. Titrationsvolumen	15 ml	Endpunkt-Verzögerung	5 s
Dosiergeschwindigkeit	20%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$SO2\ [mg(SO2)/l] = \frac{(EP1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

B	M01	Leerwert, gespeichert im globalen Speicher M01
EP1		Verbrauch von Titriermittel beim ersten Endpunkt
T	WA	Konzentration des Titriermittels (I2)
M	64.066	Molekulargewicht
V	man	Volumen der Probe in ml
F1	1000	Umrechnungsfaktor
F2	1	Umrechnungsfaktor