RESOLUTION OIV-OENO 591A-2018

FREIES SCHWEFELDIOXID – AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS323-04A

HINWEIS: Durch die vorliegende Resolution wird folgende Methode aufgehoben:
- OIV-MA-AS323-05
HINWEIS: Durch die vorliegende Resolution wird folgende Methode geändert:
- OIV-MA-AS323-04A

DIE GENERALVERSAMMLUNG

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz 2 iv des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der Internationalen Organisation für Rebe und Wein,

auf Vorschlag der Unterkommission „Analysemethoden“,

GESTÜTZT auf die Überarbeitung der Analysemethoden durch die Unterkommission „Analysemethoden“ sowie auf die Ergebnisse der Umfrage, die die Unterkommission „Analysemethoden“ 2009 mit dem Ziel startete, Informationen über die Anwendung der OIV-Methoden durch für Wein- und Mostanalysen zuständige Laboratorien einzuholen,

BESCHLIESST, die Methode OIV-MA-AS323-05 aus der Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most zu streichen, da kein Grund mehr dafür besteht, den besonderen Fall von Traubensaft zu berücksichtigen,

BESCHLIESST, die Methode OIV-MA-AS323-04A der Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most zu ändern und sie in die Resolutionen „Bestimmung von freiem Schwefeldioxid“ und „Bestimmung von Gesamtschwefeldioxid“ zu unterteilen. Die Methode zur Bestimmung von freiem Schwefeldioxid wird wie folgt geändert:

FREIES SCHWEFELDIOXID – AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS323-04A

Typ. IV Methode

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

1. Anwendungsgebiet

Die Methode ermöglicht die Bestimmung von freiem Schwefeldioxid in Most und Wein.

2. Definitionen

Als freies Schwefeldioxid bezeichnet man Schwefeldioxid, das in den nachstehenden Formen in Most oder Wein vorhanden ist: H2SO3, HSO3, das Gleichgewicht hängt vom pH-Wert und der Temperatur ab:

$$H_2SO_3 \leftrightarrows H^+ + HSO_3^-$$

H_2SO_3 repräsentiert das molekulare Schwefeldioxid.

3. Prinzip

Schwefeldioxid wird durch einen Luft- oder Stickstoffstrom in eine Vorlage, die eine verdünnte, neutralisierte Wasserstoffperoxid-Lösung enthält, übergetrieben und oxidiert. Die gebildete Schwefelsäure wird mit Natronlauge titriert.

Die Menge des übergetriebenen Schwefeldioxids hängt stark von der Temperatur ab; es wurde festgelegt, bei Umgebungstemperatur zu arbeiten (18-24 °C). Die Temperatur und der Luft- oder Stickstoffstrom müssen während der gesamten Bestimmung konstant gehalten werden.

4. Reagenzien und Chemikalien

4.1. Reine Phosphorsäure, 85 % (ρ_{20}= 1,71 g/ml) (CAS-Nr. 7664-38-2)

4.2. Verdünnte Phosphorsäure (~25,5%):

Als Anhaltspunkt: 300 ml Phosphorsäure, 85 % (4.1) mit 1 L Wasser für Analysezwecke verdünnen

4.3. Indikatorreagenz:

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Methylrot (CAS-Nr. 493-52-7)	100 mg (±1 mg)
Methylenblau (CAS-Nr. 7220-79-3)	50 mg (±0.5 mg)
Ethanol (≥ 95%) (CAS- Nr. 64-17-5)	50 mL

Mit Wasser für Analysezwecke auf 100 ml auffüllen. Bei anderen Volumen als 100 ml sind die entsprechenden Mengenanteile zu verwenden.

Handelsübliche Indikatorreagenzien gleicher Zusammensetzung können verwendet werden.

4.4. 1M Natriumhydroxid (3,84 %) oder wasserfreies Natriumhydroxid (Pellets) (CAS-Nr. 1310-73-2)

4.5. 0,01 M Natronlauge:

Als Anhaltspunkt: 10,0 ml 1M Natriumhydroxid (4.4) mit 1 L Wasser für Analysezwecke verdünnen.

Falls notwendig, den Titer der Lösung regelmäßig kontrollieren (Korrekturfaktor anwenden) und die Lösung vor atmosphärischem CO2 geschützt aufbewahren

4.6. Hergestellte oder handelsübliche Wasserstoffperoxidlösung, 3 Volumenteile (= 9,1 g/L = 0,27mol/L H2O2) (z.B. H_2O_2 30 %, CAS-Nr. 7722-84-1)

Hinweis: Eine Lösung (30 Gew. %) entspricht einem Sauerstoffgehalt von 110 Volumenteilen ($\rho_{20} \cong$ 1,11 g/mL), wobei von einer optimalen Sauerstofffreisetzung pro Liter H_2O_2 unter üblichen Temperatur- und Druckbedingungen ausgegangen wird. Eine Lösung (3 Gew. %) entspricht hingegen einem Sauerstoffgehalt von 10 Volumenteilen (0,89 mol/L). Die Herstellung hängt daher von der verwendeten handelsüblichen Lösung ab, wobei die bei der Methode verwendete Menge auf jeden Fall überschüssig sein muss.

5. Gerätschaften

Die verwendete Apparatur, insbesondere der Kühler, muss der Abbildung entsprechen.

Das Gaseinleitungsrohr der Vorlage B endet in einer kleinen Kugel von 1 cm Durchmesser, die 20 kreisförmig (horizontal) angeordnete Löcher von 0,2 mm

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Durchmesser aufweist. Das Einleitungsrohr kann auch mit einer Glasfritte verschlossen werden, die die Bildung vieler kleiner Glasblasen bewirkt, um einen guten Kontakt der Gasphase mit der flüssigen Phase zu gewährleisten.

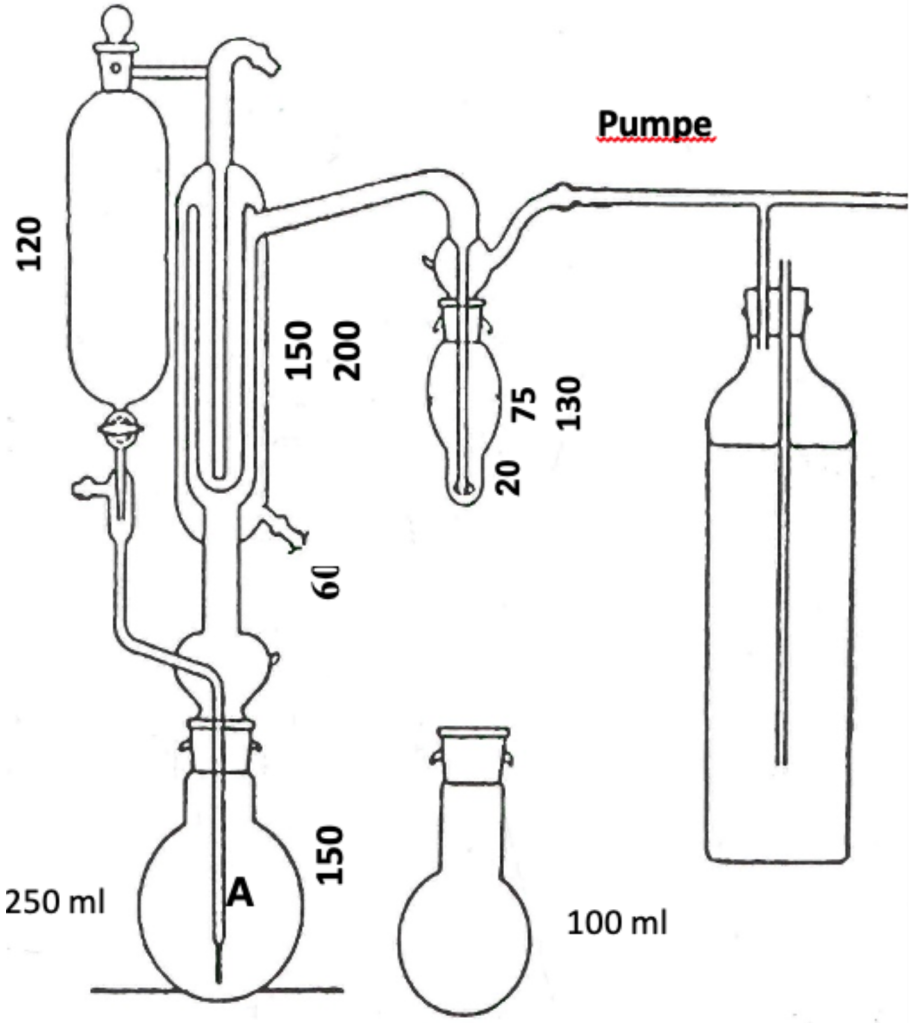
Durch die Apparatur sollen etwa 40 l Gas pro Stunde strömen. Mit der Druckreglerflasche auf der rechten Seite der Apparatur wird der durch die Wasserstrahlpumpe erzeugte Unterdruck auf 20-30 cm Wassersäule begrenzt. Um den Unterdruck genau einstellen zu können, ist es zweckmäßig, zwischen das Absorptionsgefäß und die Druckreglerflasche einen Strömungsmesser mit halbkapillarem Rohr zu schalten.

Die Temperatur des Kolbens A muss während der gesamten Destillation zwischen 18 und 24 °C betragen. Wenn die Umgebungstemperatur im Labor nicht innerhalb dieser Grenzen liegt oder wenn 85 %ige Phosphorsäure verwendet wird, die die Temperatur im Kolben während der Zugabe deutlich erhöhen kann, ist es Sache des Anwenders, sich entsprechend auszurüsten (z.B. Verwendung eines Thermostatenbads).

Abbildung 1 – Die Abmessungen sind in mm angegeben. Die Innendurchmesser der 4 konzentrischen Kühlrohre des Kühlers betragen 45, 34, 27 und 10 mm

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018



6. Durchführung

Es wird empfohlen, (z.B. ca. 5 Minuten) vor jeder Bestimmung Luft oder Stickstoff durch das Gerät zu leiten. Kontrolle: Bei Durchführung eines Blindversuchs darf sich die Farbe des Indikators in neutralisiertem Wasserstoffperoxid am Austritt des Zuführrohrs nicht verändern.

- Kühlwasser anschließen
- Die Temperatur des Labors prüfen oder zuvor das Thermostatenbad einstellen (18 – 24 °C)

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

- 2-3 mL Wasserstoffperoxidlösung (4.6) in das Absorptionsgefäß B der Apparatur geben, 2 Tropfen Indikatorreagenz (4.3) zugeben und mit 0,01 M Natronlauge (4.5) neutralisieren; neutraler pH-Wert = grüne Farbe.

Hinweis: Für große Probenserien kann auch eine bereits neutralisierte H_2O_2-Lösung hergestellt werden, bevor diese in das Absorptionsgefäß überführt wird. Die Konzentrationen und Volumen sind dementsprechend anzupassen, um die oxidative Wirkung der Lösung aufrechtzuerhalten (verminderte Haltbarkeit).

- Das Absorptionsgefäß an die Apparatur anschließen
- 50 ml Probe in den 250-ml-Rundkolben A geben und den Kolben an die Apparatur anschließen
- 15 ml verdünnte Phosphorsäure (4.2) in den Kolben C geben

Hinweis: Ist die Konzentration an freiem Schwefeldioxid höher als 50 mg/l, kann es notwendig sein, 85 %ige Phosphorsäure (4.1) zu verwenden. Es ist jedoch darauf zu achten, dass die Temperatur im Kolben A während der Zugabe nicht ansteigt.

- Den Hahn öffnen, um der Probe Säure zuzuführen, gleichzeitig Gas durch die Apparatur leiten und die Zeitschaltuhr auf 15 Minuten einstellen. Das freie Schwefeldioxid wird übergetrieben und zu Schwefelsäure oxidiert.
- Nach 15 Minuten das Absorptionsgefäß B von der Apparatur nehmen und das Gaszuführungsrohr (ab der Eintauchstelle) mit Wasser abspülen.
- Die entstandene Säure mit 0,01 M Natronlauge (4.5) titrieren, bis der Indikator nach grün umschlägt. n ist die zugegebene Menge in Milliliter.

7. Berechnung und Angabe der Ergebnisse

Freies Schwefeldioxid wird in Milligramm pro Liter (mg/l) ohne Dezimalstelle angegeben.
Berechnung: Freies Schwefeldioxid in Milligramm pro Liter: 6,4 n

8. Literatur

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND
© OIV 2018

1. PAUL F., Mitt. Klosterneuburg, Rebe u. Wein, 1958, ser. A, 821.

© OIV 2018