RESOLUTION OIV-OENO 591B-2018

GESAMTSCHWEFELDIOXID – AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS323-04A

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-AS323-04A 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 gesamtem Schwefeldioxid wird wie folgt geändert:

GESAMTSCHWEFELDIOXID – AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS323-04A

Typ II Methode

1. Anwendungsgebiet

Die Methode ermöglicht die Bestimmung des Gesamtschwefeldioxids in Wein.

2. Definitionen

Als Gesamtschwefeldioxid bezeichnet man sämtliche Formen des Schwefeldioxids, die

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

© OIV 2018

im Wein in freiem oder gebundenem Zustand vorliegen.

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.

Das Gesamtschwefeldioxid wird in der Hitze (ca. 100 °C) übergetrieben.

4. Reagenzien und Chemikalien

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

4.2. Indikatorreagenz:

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.

4.3. 1M Natriumhydroxid (3,84 %) oder wasserfreies Natriumhydroxid (Pellets) (CAS-Nr. 1310-73-2)

4.4. 0,01 M Natronlauge:

Als Anhaltspunkt: 10,0 ml 1M Natriumhydroxid (4.3) mit 1l Wasser für Analysezwecke verdünnen.

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

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

© OIV 2018

4.5. Hergestellte oder handelsübliche Wasserstoffperoxidlösung, 3 Volumenteile (= 9,1 g/l = 0,27mol/l H_2O_2) (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 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.

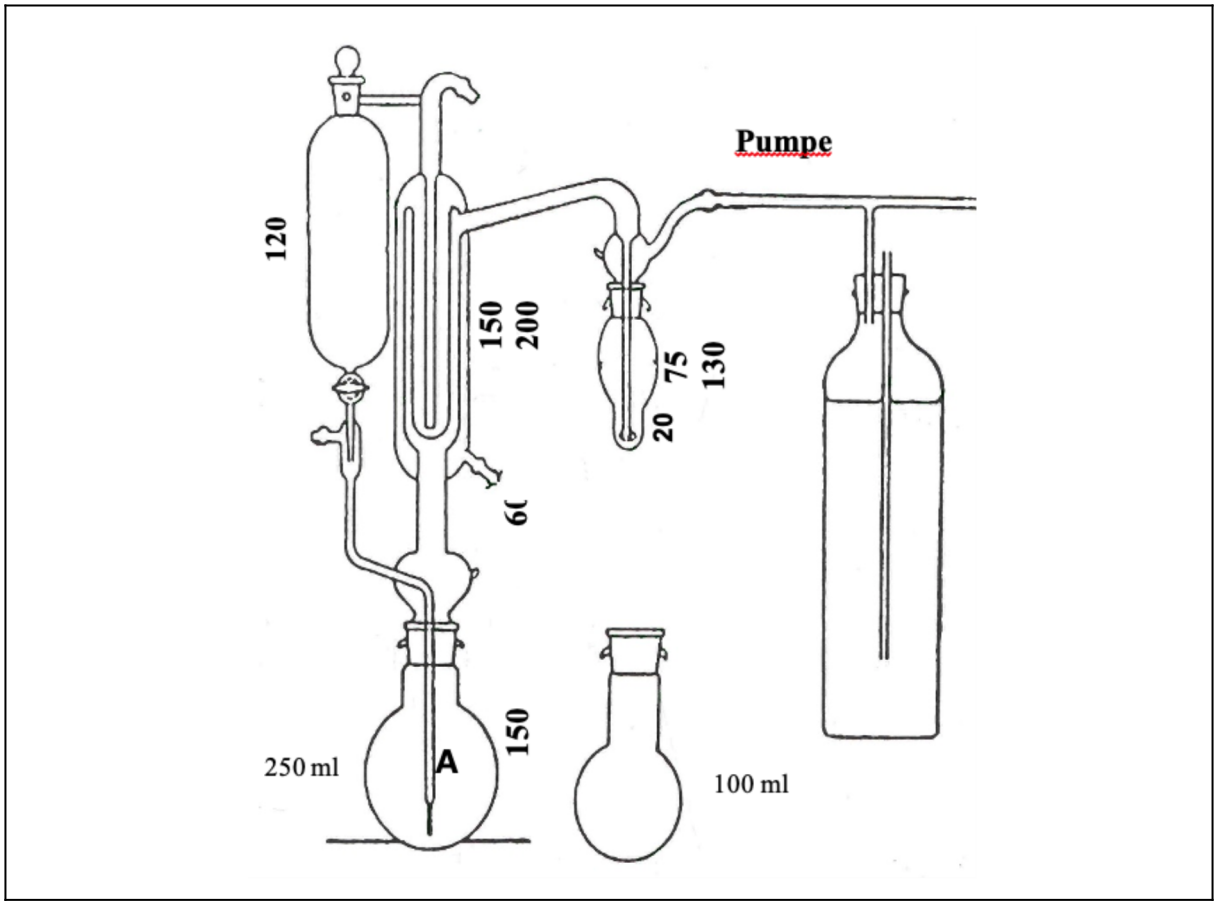
Durch die Apparatur sollen etwa 40 l Gas pro Stunde strömen. Mit der Druckreglerflasche auf der rechten Seite der Apparatur wird der durch die Wasserstrahlpumpe erzeugte Unterdruck auf 20-30 cm Wassersäule begrenzt. Um den Unterdruck genau einstellen zu können, ist es zweckmäßig, zwischen das Absorptionsgefäß und die Druckreglerflasche einen Strömungsmesser mit halbkapillarem Rohr zu schalten. Für die Bestimmung des Gesamtschwefeldioxids ist die Verwendung eines Brenners (Flammenhöhe 4 – 5 cm oder Infrarotbrenner) vorzuziehen, um den Siedepunkt schnell zu erreichen. Den Kolben A nicht auf ein Drahtnetz, sondern auf eine Platte mit einer Öffnung von 2 bis 4 cm stellen, um das Anbrennen der Extraktstoffe des Weins an der Kolbenwand zu vermeiden.

Bei einer Probenmenge von 50 ml ist ein Kolben A mit einem Fassungsvermögen von 250 ml und bei einer Probenmenge von 20 ml mit einem Fassungsvermögen von 100 – 150 ml zu verwenden.

Abbildung 1 – Die Abmessungen sind in mm angegeben. Die Innendurchemesser der 4 kinzentrischen Külrohre 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
- 2-3 ml Wasserstoffperoxidlösung (4.5) in das Absorptionsgefäß B der Apparatur geben, 2 Tropfen Indikatorreagenz (4.2) zugeben und mit 0,01 M Natronlauge (4.4) 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

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

© OIV 2018

Konzentrationen und Volumen sind dementsprechend anzupassen, um die oxidative Wirkung der Lösung aufrechtzuerhalten (verminderte Haltbarkeit).

- Das Absorptionsgefäß an die Apparatur anschließen
- In den Kolben A geben:

50 ml Probe bei einem vermuteten Gehalt der Probe von < 50 mg/l Gesamtschwefeldioxid
20 ml Probe bei einem vermuteten Gehalt der Probe von □ 50 mg/l Gesamtschwefeldioxid
und den Kolben an die Apparatur anschließen

- In den Kolben C geben:
- 15 ml Phosphorsäure (4.1) bei einem vermuteten Gehalt der Probe von < 50 mg/L Gesamtschwefeldioxid
- 20 ml Phosphorsäure (4.1) bei einem vermuteten Gehalt der Probe von ≥ 50 mg/l Gesamtschwefeldioxid
- Den Hahn öffnen, um der Probe Säure zuzuführen, die Wärmequelle aktivieren und gleichzeitig Gas durch die Apparatur leiten und die Zeitschaltuhr auf 15 Minuten einstellen. Während der Durchströmung des Gases kochen lassen. Das gesamte Schwefeldioxid wird übergetrieben und zu Schwefelsäure oxidiert.
- Nach 15 Minuten die Heizung ausschalten, das Absorptionsgefäß B von der Apparatur nehmen und das Gaszuführungsrohr (ab der Eintauchstelle) mit Wasser abspülen.
- Die entstandene Säure mit 0,01 M Natronlauge (4.4) titrieren, bis der Indikator nach grün umschlägt; n ist die zugegebene Menge in Milliliter.

7. Berechnung und Angabe der Ergebnisse

Das Gesamtschwefeldioxid wird in Milligramm pro Liter (mg/l) ohne Dezimalstelle angegeben.
Berechnung

- Proben mit geringem Schwefeldioxidgehalt (50 ml-Probe): 6,4 n

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

- Andere Proben (20 ml-Probe): 16 n

8. Genauigkeit

8.1. Wiederholbarkeit (r)

Gehalt < 50 mg/l (50 ml-Probe), r = 1 mg/l
Gehalt ≥ 50 mg/l (20 ml-Probe), r = 6 mg/l

8.2. Vergleichbarkeit (R)

Gehalt < 50 mg/l (50 ml-Probe), R = 9 mg/l
Gehalt ≥ 50 mg/l (20 ml-Probe), R = 15 mg/l

9. Literatur

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

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

© OIV 2018