
SO₂ Messung im Wein



Hier finden Sie wertvolle Infos zur SO₂ Messung
bei der Weinherstellung



Inhalt



Warum SO_2 messen? S. 4



Was Sie benötigen... S. 13



Messvorgang S. 21



Einleitung

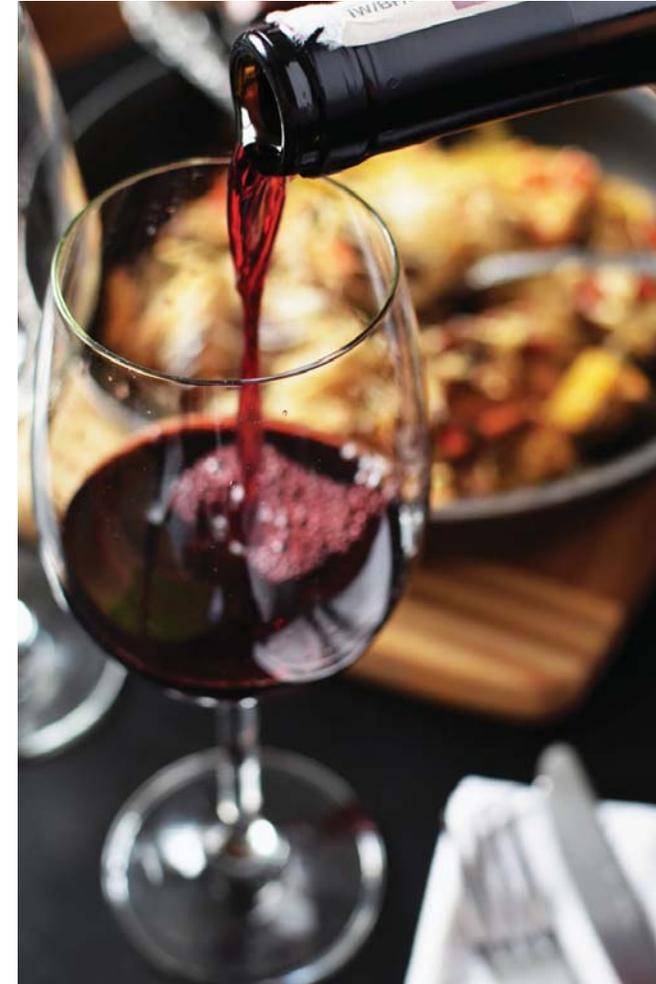
Die quantitative Analyse ist für Winzer in allen Phasen des Weinherstellungsprozesses einschließlich Ernte, Gärung, Alterung, Mischung und Abfüllung. Analyseverfahren im eigenen Betrieb werden aufgrund der Kosten immer beliebter.

Messergebnisse sollten den tatsächlichen Zustand des Weins oder Safts darstellen. Die Genauigkeit und Konsistenz der Ergebnisse hängt von der korrekten Probennahme, geeigneten Methodenauswahl und effektiven Durchführung.

Um diese Herausforderungen zu meistern, stellt Hanna Instruments E-Books zur Verfügung, um Winzern dabei zu helfen, ihre internen Analyseprogramme zu verbessern. Dieses E-Book dient zur Informationsquelle für eine effektive SO_2 Messung.

Wir behandeln:

- Wie sich SO_2 auf die Weinqualität auswirkt
- Geeignete Instrumentation
- Messverfahren





Warum SO₂ messen

1 Was ist Schwefeldioxid?

Schwefeldioxid (SO₂) ist eine molekulare Verbindung, die man bei der Weinherstellung hinzufügt, um den Wein stabil zu halten. Schwefeldioxid ist auch bekannt als SO₂ oder Sulfite und wird in ppm oder ppt gemessen. Diese Einheit quantifiziert den Anteil an Schwefeldioxid pro Millionen/Tausend Teile Wein. ppm = mg/L

Die Vorteile von SO₂ als Konservierungsmittel wurden bereits in der Zeit der Römer und Ägypter erkannt. Seitdem gilt SO₂ als sicherer und weitverbreiteter Konservierungsstoff nicht nur in der Weinherstellung, sondern auch in der gesamten Getränke- und Lebensmittelindustrie.

Positive Auswirkungen des SO₂ auf den Wein:

- Hilft unerwünschte Bakterien, Schimmelpilze und Hefe zu reduzieren
- Wirkt als Antioxidant, was den Oxidationsprozess verlangsamt
- Erhaltung der wünschenswerten Eigenschaften des Weins wie Geschmack, Farbe und Aroma



Warum SO₂ messen

Negative Auswirkungen des SO₂ auf den Wein:

- Kann den Gärprozess verlangsamen oder gar verhindern
- Ungenießbarer Geschmack und Aromen

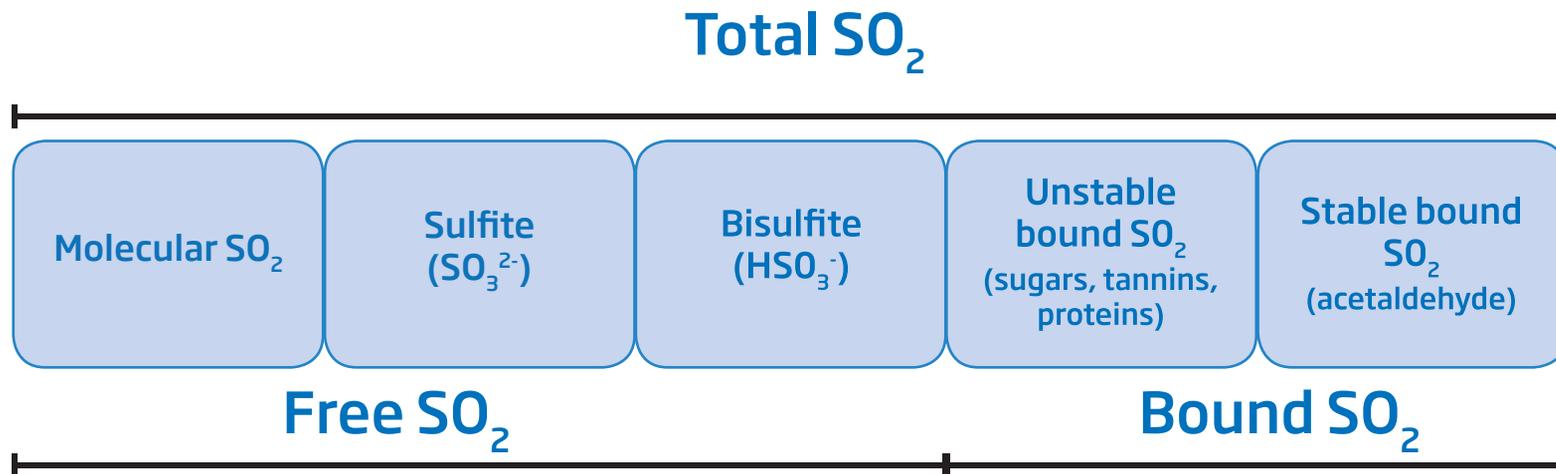
SO₂ ist auch ein bekanntes Allergen, daher ist die Konzentration reguliert. Das U.S. ATF verlangt, dass Endprodukte mit mehr als 10 ppm Gesamtschwefeldioxid entsprechend gekennzeichnet werden, und hat die maximale Konzentration für Gesamtschwefeldioxid in Wein auf 350 ppm festgelegt.



Warum SO₂ messen

2 SO₂ verstehen

SO₂ im Wein setzt sich aus den gebundenen und freien bzw. aktivem SO₂. Die Konzentration des freien SO₂ variiert stark in Abhängigkeit vom pH-Wert des Weins. Selbst wenn kein Schwefel vorhanden ist, werden niedrige Dosen davon bei der Hefe-Fermentation gebildet.





Warum SO₂ messen

Es gibt zwei Arten von freiem SO₂ im Wein: molekulares SO₂ und Bisulfite (HSO₃⁻). Die häufigere Form, Bisulfite, ist praktisch ineffektiv im Schutz des Weins; das molekulare SO₂ hat die antiseptische Wirkung auf den Wein.

Der pH ist ein entscheidender Bestimmungsfaktor in Bezug auf die Menge des verfügbaren, molekularen Schwefeldioxids. Die empfohlene Konzentration an molekularem SO₂ liegt bei etwa 0,825 ppm, und sollte während dem gesamten Weinherstellungsprozesses aufrechterhalten werden.

Die folgende Tabelle zeigt, wie viel SO₂ benötigt wird, um die Idealwerte von molekularem SO₂, bei unterschiedlichem pH-Wert, zu halten.

pH	3.0	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6	3.7	3.8	3.9
Free SO ₂	14	18	22	28	35	44	55	69	87	109

Die Konzentration von molekularem SO₂ kann aus der Konzentration von freiem SO₂ unter Verwendung der folgenden Formel abgeleitet werden: **Molekulares SO₂ = (free SO₂)/(10^{pH-1.81} + 1)**



Warum SO₂ messen

3 Hinzufügen und Kontrolle von SO₂

Bei der Weinherstellung ist das Erkennen, wann und wie viel SO₂ dem Wein hinzugefügt wird, wichtig. Zu viel SO₂ kann den Gärprozess verzögern; 5 bis 8mg/L freies SO₂ reichen aus um die Gärung gar zu verhindern. Beim Hinzufügen von SO₂ sollte beachtet werden, dass man genügend SO₂ zudosiert um die Vorteile zu Nutze zu machen, aber nicht so viel, sodass die Fermentation verhindert wird.

Nach dem abgeschlossenen Gärprozess wird nochmals eine gewisse Menge SO₂ dazugegeben, um die restlichen Bakterien und Keime abzutöten. Während der ersten Schwefelung binden sich das freie SO₂ und reduziert das verfügbare SO₂ um 30-50%.

Freies SO₂ sollte nach der Beigabe im Wein alle paar Tage analysiert werden, damit das freie SO₂ sich mit den Bestandteilen im Wein verbinden kann.

Situation	Molecular SO ₂ (mg/L)
Lagerung	0.5-0.8
Markt	0.4-0.6
bakterieller Effekt	0.6-0.82
Abfüllung Rotwein, dry	0.3-0.6
Abfüllung Weißwein, dry	0.4-0.8
Abfüllung Süßweine	0.8-1.2
Sensor	2.0



Warum SO₂ messen

Viele Winzer schwefeln zusätzlich direkt vor der Abfüllung; dies dient dazu den Wein bis zum Verzehr zu schützen. Freies SO₂ reagiert einfach mit Sauerstoff, was dazu führt, dass weniger SO₂ die positive Wirkung entfalten kann, da auch im Flaschenhals Sauerstoff vorhanden ist. Aus diesem Grund wird vor dem Abfüllen SO₂ dazugegeben, um dieser Reaktion entgegen zu wirken.

Schwefeldioxid wird dem Wein auf verschiedenen Arten hinzugefügt:

Die gängigsten Methoden sind:

- Kaliummetabisulfite (K₂S₂O₅)
- Natriummetabisulfite (Na₂S₂O₅)
- SO₂ in Gas oder flüssiger Form

Übliche Zugabe unter Verwendung der genannten Methoden:

- K₂S₂O₅: 0.044 g/L für a 25 ppm Zugabe; 0.174 g/L für 100 ppm Zugabe
- Na₂S₂O₅: 0.037 g/L für 25 ppm Zugabe; 0.148 g/L für 100 ppm Zugabe
- SO₂: 0.025 g/L für 25 ppm Zugabe; oder 0.1 g/L für 100 ppm Zugabe



Warum SO₂ messen

4 SO₂ analysieren

Es gibt viele Methoden um die SO₂-Konzentration im Wein zu bestimmen.
Die gängigsten Methoden sind:

- Aerifizierungs-Oxidations Methode
- Ripper Methode

Beides verwendet die Methode der quantitativen chemischen Analyse; Titration genannt.

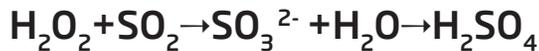
Eine Titration ist eine Technik, bei der eine Lösung bekannter Konzentrationen zur Bestimmung der Konzentration einer unbekanntes Lösung, verwendet wird. Das Titriermittel bzw. die bekannte Lösung wird zu einer bekannten Analyt-Menge bzw. der unbekanntes Lösung hinzu titriert, bis der Endpunkt erreicht ist. Das Volumen an verbrauchtem bzw. hinzugefügtem Titriermittel ermöglicht die Bestimmung der unbekanntes Lösung. Zur Feststellung des Endpunkts der Reaktion wird entweder eine Elektrode oder Farbänderung der Lösung als Indikator verwendet.



Warum SO₂ messen

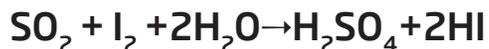
a. Aerifizierungs-Oxidations Methode

Bei dieser geprüften Methode wird freies und totales SO₂ aus einer sauren Probenlösung verflüchtigt und destilliert. Das Destillat wird zu einer Wasserstoffperoxid Lösung gesammelt. Hier wird das SO₂ zu Schwefelsäure (H₂SO₄) oxidiert. Das Volumen des standardisierten Natriumhydroxids (NaOH), das erforderlich ist um die gebildete Säure zu titrieren, wird gemessen, um die SO₂-Konzentration zu berechnen. Die Reaktion läuft wie folgt ab:



b. Ripper Methode

Bei diesem Verfahren wird standardisiertes Iod verwendet, um freies Schwefeldioxid zu titrieren. Das Ende dieser Reaktion wird durch die blau-schwarze Farbänderung signalisiert, die durch den Stärke-Indikator erzeugt wird, der wiederum aus dem Überschuss an Iod gegeben ist. Eine ORP-Elektrode kann ebenfalls verwendet werden, um den Endpunkt anzuzeigen. Das gesamte SO₂ kann bestimmt werden, indem die Probe zunächst mit Natriumhydroxid behandelt wird, um den gebundenen Schwefel in die Lösung freizusetzen. Die Reaktion wird durch die Gleichung dargestellt:





Warum SO₂ messen

c. Ripper Methode mit Iodat (Modifiziertes Ripper)

Es gibt eine Variante der Ripper-Methode, die standardisiertes Iodat als Titriermittel anstelle von Iod verwendet. Dies wird durch Zugabe von Kaliumiodid (KI) zur Probe zur Bildung von Iod aus Iodat erreicht, wenn es der Probe zugesetzt wird. Diese Reaktion läuft wie folgt ab:



Sobald das Iod in der Probe gebildet ist, läuft die Titration wie die gewöhnliche Ripper-Methode ab.

Der Vorteil der Bildung von Iod aus Iodat in der Probe besteht darin, dass das Iodat-Titriermittel viel stabiler als Iod ist. Iod neigt im Laufe der Zeit zu einem Abbau durch UV, Wärme und Verflüchtigung. Daher wäre eine häufige Standardisierung notwendig, um die Konzentration zu erhalten. Iodat ist nicht ganz so empfindlich und verändert sich nur gering!

Dieses eBook wird sich auf die Modifizierte Ripper-Methode konzentrieren, da es die beliebteste Methode bei Weinherstellern ist.



Was Sie benötigen...

Es gibt zwei Arten eine Titration durchzuführen:

a. Manuelle Titration

Bei einer manuellen Titration wird eine Vorrichtung, die als Bürette bezeichnet wird, verwendet, um das Titriermittel langsam zu der Probe hinzuzufügen. Eine Indikatorlösung erzeugt eine Farbänderung, die den Endpunkt der Reaktion anzeigt. Eine chemische Gleichung, die für die Titration spezifisch ist, wird verwendet um das Titrier-Volumen anzupassen, um den Endpunkt der unbekanntes Konzentration in der Probe zu bestimmen. Bei einer manuellen Titration besteht die Schwierigkeit den genauen Zeitpunkt der Farbänderung visuell zu bestimmen. Dies ist besonders beim Testen von Rotwein schwierig.

b. Automatische Titration

Die Vorteile einer automatischen Titration sind die Vorrichtung zur Dosierung des Titriermittels und die automatische Bestimmung des Endpunkts und Berechnung der Konzentration in der Weinprobe. Automatische Titratoren liefern erhöhte Genauigkeit und Wiederholbarkeit aus folgenden Gründen: Erstens wird der elektrochemischer Indikator (ORP Elektrode) verwendet, was den äquivalenten Endpunkt besser bestimmen als ein subjektiver Farbindikator. Außerdem verwendet ein automatischer Titrator eine Präzisionsdosierpumpe; Das Titrervolumen, welches solch eine Dosierpumpe liefert, ist genauer als eine Bürette, die bei einer manuellen Titration verwendet wird.

Hanna Note

- Das Bestimmen des Endpunkts ist mit einer ORP-Elektrode/Gerät genauer als die subjektive, visuelle Einschätzung.



Was Sie benötigen...

Titrationen Möglichkeiten bei der Weinherstellung

eBook Fokus

	Manuelle Titration mit Farbindikator	Einzel-Parameter Titrator	Multiparameter Titrator
Parameter	SO ₂	SO ₂	SO ₂ , Säure YAN, reduzierende Zucker,...
Analysemethode	Farbwechsel (visuell)	Potentiometrisch (ORP Elektrode)	Potentiometrisch (ORP und pH Elektroden)
Dosiergenauigkeit	gering	hoch	sehr hoch
Zeit	Zeitaufwendig	schnell	schnell
Berechnung	Manuell	automatisch, fix	automatisch, einstellbar
Messmodi	Titration	Titration, ORP	Titration, ORP, pH, ISE
Echt-Zeit-Graphik	Nein	Ja	Ja
Equipment Kosten	€ 25 - 100	ca. € 800	€ 8.000 - 10.000
Automatisierung	keine	1 Probe	Autosampler kompatibel (erhältlich)



Was Sie benötigen...

Achten Sie bei der Auswahl des passenden Titrators, Elektrode, Lösungen auf folgendes:

Titration:

- Adaptierte Ripper-Methode zur Messung von freiem als auch totalem SO_2
- Präzisionsdosierpumpe zur Dosierung der Titriermenge, um den Aufwand zu reduzieren und die Genauigkeit zu verbessern
- On-Screen-Funktionen wie Echtzeit-Grafiken, sodass Sie den Titrationsfortschritt auf dem Bildschirm verfolgen können

Elektrode:

- ORP zur Überwachung der Redox-Reaktion $\text{H}_2\text{SO}_3 + \text{I}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{HI}$
- CPS - Antiverstopfungssystem, um die Referenzelektrode vor Verstopfungen zu schützen.



Was Sie benötigen...

Lösungen

- **Titration Lösungen:** standardisierte Titranten sind wichtig für eine genaue SO_2 -Messung
- **Titration Reagenzien:** alle für die Titration verwendeten Chemikalien sollten Reagenzienqualität haben dh. 25% Schwefelsäure, Kaliumiodid und stabilisiertes Iod (Iodat)
- **Reinigungslösungen:** Verschmutzte und verstopfte Elektroden sind der Hauptgrund für ungenaue Messungen. Reinigungslösungen beseitigen die letzten, restlichen Partikel an der Elektrode.
- **Aufbewahrungslösungen:** pH/ORP Elektroden sollten während der Lagerung in einer Lösung aufbewahrt werden damit der Elektrolyt nicht auslaugt.

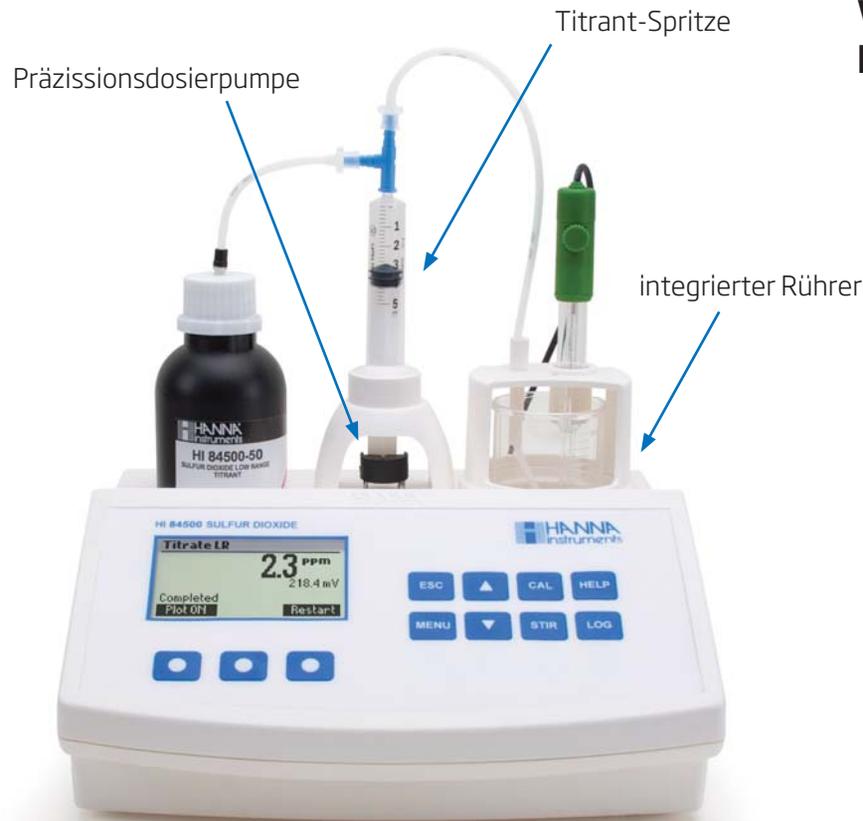
Zubehör: Becherglas, volumetrische Pipetten

Hanna Note

Manche Titrationssysteme werden mit vordosierten und standardisierten Chemikalien geliefert. In diesem Fall benötigt man keine analytische Waage o.ä.



Was Sie benötigen...



Vorteilhafte Eigenschaften eines Einzelparameter-Minititrators:

- Eine vorprogrammierte Analysemethode mit einem Algorithmus, die den äquivalenten Endpunkt der Titration bestimmt
- Eine Präzisionsdosierpumpe, die Titriermittel auf Basis der mV-Spannung. Dieser Titrator dosiert den Titraten, erkennt den Endpunkt und führt alle notwendigen Berechnungen automatisch durch. „der Minitrator von Hanna reduziert die Arbeitszeit um 75% für einzelne Analysen“, Grape Lab von Richard Carey.

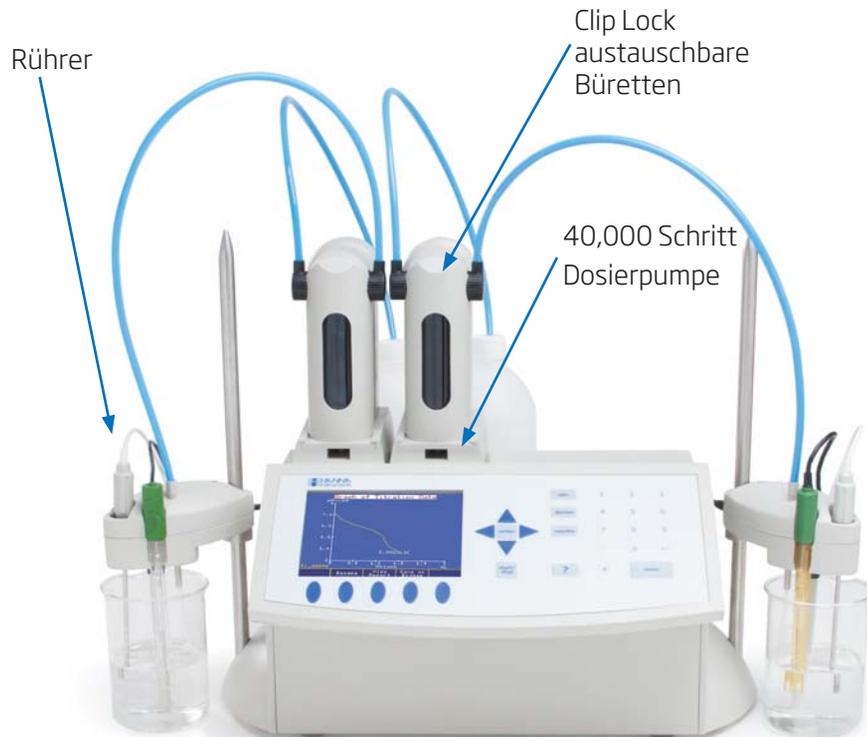
Einzelparameter-Titratoren sollten um die 800 Euro kosten.



Was Sie benötigen...

Vorteilhafte Eigenschaften eines Multiparameter-Minititrators:

- Möglichkeit mehrere Parameter zu messen
- Vollständige Konfigurationsmöglichkeiten zur Anpassung benutzerdefinierter Berechnungen und Dosiereinstellungen
- Mehrere Messmodi, um pH, ORP oder die Ionen-Konzentration zu bestimmen



Hanna Note

Dieses System ist ideal, um den Säure- und SO₂-Gehalt, reduzierte Zucker und Hefeassimilierbarer Stickstoff (YAN) mit nur einem Gerät zu analysieren.



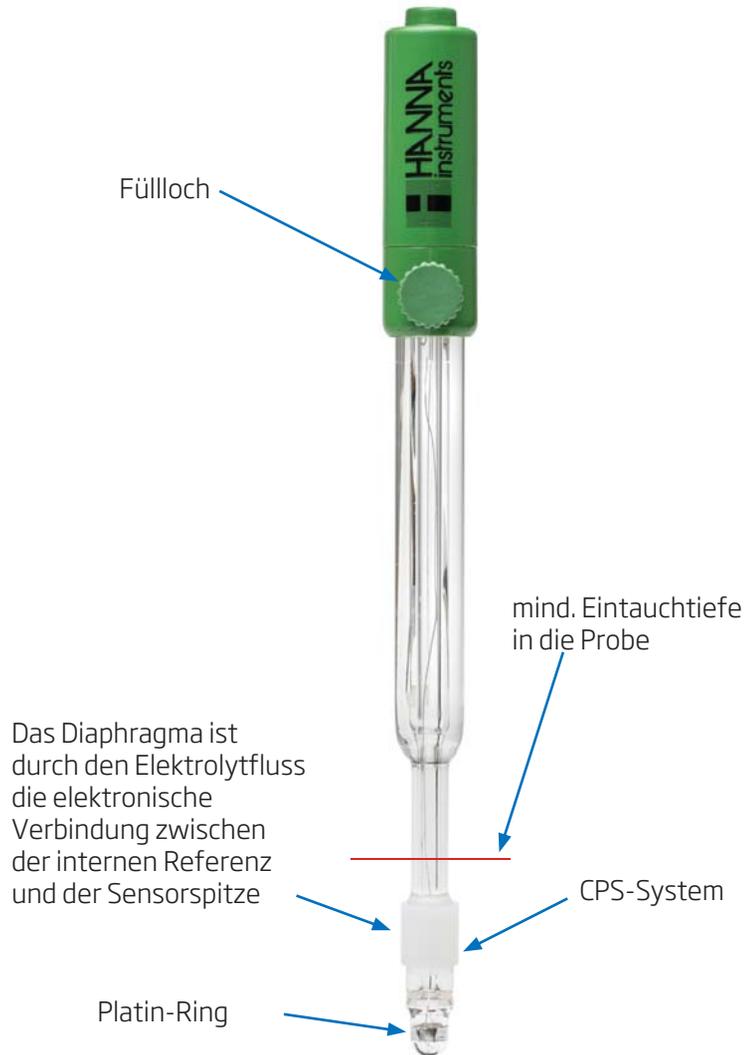
Was Sie benötigen...

Vorteilhafte Eigenschaften einer ORP-Elektrode:

Sollte in dem Fall für Wein ausgelegt sein.

Herkömmliche Elektroden können bei Messungen im Wein auf Grund der vorhandenen Schwebstoffe schnell verstopfen.

Hannas Wein-Elektroden besitzen ein Antiverstopfungssystem (CPS™). Die Glas/PTFE Manschette gewährleistet den optimalen Elektrolytfluss, während die Verbindungen frei bleiben. Die hydrophobe Eigenschaft des PTFE verhindert Nässe und Weinablagerungen.





Was Sie benötigen...

Vorteilhafte Eigenschaften einer Lösung:

Lösungen sollten speziell für Wein und zertifiziert sein

Reinigungslösungen sorgen dafür, dass die Elektrode frei von Weindepots ist.

Aufbewahrungslösungen: Eine trockene ORP-Elektrode verlangsamt die Reaktionszeit. Vor der Lagerung sollten einige Tropfen einer Aufbewahrungslösung zur Schutzkappe hinzugefügt werden.

ORP Test Lösung: Eine 240mV ORP Lösung dient zur Funktionsüberprüfung einer ORP-Elektrode. Wenn die Elektrode in diese Lösung getaucht wird, sollte die Abweichung nicht mehr als $\pm 20\text{mV}$ bei 25°C betragen. ggf. sollte die Elektrode gereinigt oder der Elektrolyt ausgetauscht werden.



Hanna Note

Verwenden Sie nur frische Lösungen und Reagenzien. Eine angebrochene Flasche sollte innerhalb von 6 Monaten verbraucht werden.



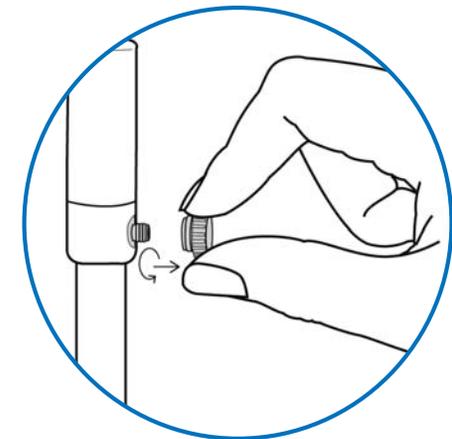
Messvorgang

Jeder Titrator hat seine eigene Handhabung und Einstellungen. Dieser Guide ist nützlich für alle ähnlichen Titratoren, die mit der Ripper Methode und Iodate operieren.

1 Vorbereitung

a. Vorbereitung der ORP Elektrode:

- Entfernen Sie die Schutzkappe
- Entfernen Sie die Füllloch-Schraube
- Überprüfen Sie ob genügend Elektrolyt in der Elektrode vorhanden ist
- Funktionsüberprüfung in der ORP Test Lösung

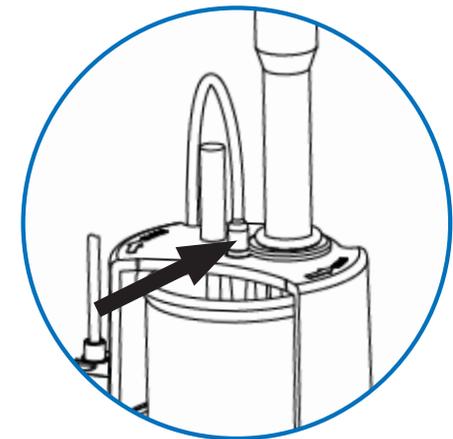




Messvorgang

b. Einrichtung der Bürette

- Vor der Einrichtung der Bürette, stellen Sie sicher, dass der Aspirationsschlauch in der Titriermittel-Flasche und die Dosierspitze in einem Becherglas sind.
- Um den automatischen Titrator verwenden zu können, sollte die Bürette und Schläuche mit Titriermittel gefüllt sein.



Hanna Note

Prime-Zyklus sollte durchgeführt werden:

- wenn Sie feststellen, dass es kein Titriermittel mehr in der Spitze hat
- wenn die Schläuche des Dosiersystems ersetzt werden
- wenn eine neue Flasche Titriermittel wird verwendet
- vor Beginn einer Pumpenkalibrierung
- vor Beginn einer Reihe von Titrationsen

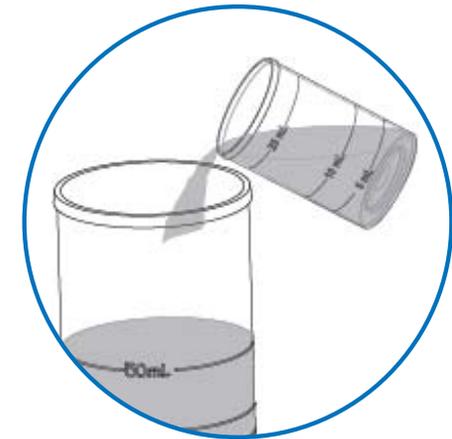


Messvorgang

c. Pumpen-Kalibrierung und Titrant-Standardisierung

Für einen dedizierten SO₂-Titrator wird eine Pumpenkalibrierung durchgeführt, während für einen Multiparameter-Titrator eine Titrant-Standardisierung durchgeführt wird.

- Füllen Sie ein wenig Pumpenkalibrierstandard oder Titrantnormstandard in ein sauberes Becherglas
- Fügen Sie der Probe 5 mL Säurereagenz hinzu.
- Fügen Sie Kaliumiodid in den Probenbecher.
- Spülen Sie die ORP Elektrode mit deionisiertem Wasser und tauchen Sie sie in die Probe
- Tauchen Sie die Dosierspitze in die Probe
- Titrieren Sie mit Iodat





Messvorgang

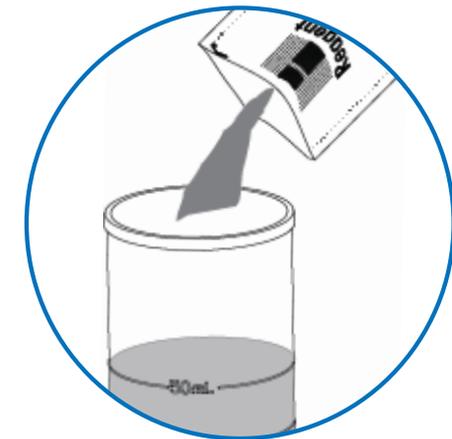
2 Messung

Messung von freiem und gesamtem SO_2

- Verwenden Sie eine saubere Pipette um genau 50mL in das 100mL Becherglas zu füllen

Bei **gesamtem SO_2** (ausschließlich)

- Füllen Sie das 20 ml Becherglas bis zur 5mL Markierung mit dem Basenreagenz und fügen Sie den Inhalt in das 100ml Becherglas dazu. Bedecken Sie das Becherglas, wirbeln Sie die Probe und lassen Sie sie für 10 min stehen.
- Nehmen Sie das 20mL Becherglas und fügen Sie 5mL Säurereagenz hinzu
- Geben Sie ein Päckchen Kaliumiodid in den Proben-Becher
- Spülen Sie die ORP Elektrode mit deionisiertem Wasser und tauchen Sie sie in die Probe. Achten Sie darauf, dass die Elektrode nicht den Becherrand berührt.
- Geben Sie die Dosierspitze in die Probe
- Titrieren Sie mit Iodat

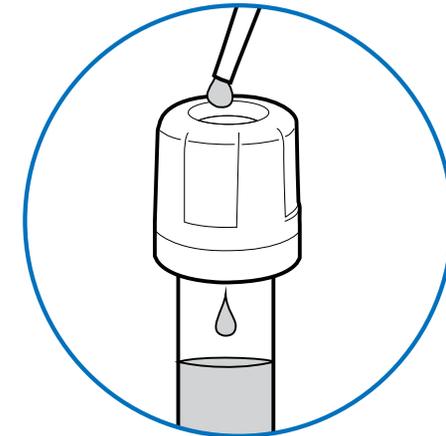
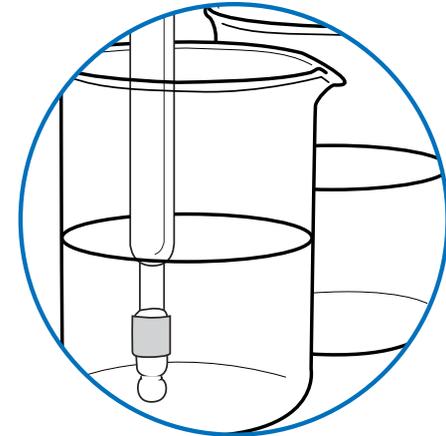




Messvorgang

3 Reinigung und Aufbewahrung

- Sobald Sie Ihren Titrationsvorgang beendet haben, entfernen Sie die ORP Elektrode von der Elektrodenhalterung und spülen Sie sie mit deionisiertem Wasser ab.
- Prüfen Sie ob noch genügend Fülllösung in der Elektrode besteht
- Sollte Wein/Saft in die Elektrode gelangen, dann entleeren und spülen Sie sie, und befüllen Sie die Elektrode mit frischer Elektrolyt-Fülllösung.
- Befüllen Sie einen kleinen Becher mit einer Reinigungslösung für Wein
- Tauchen Sie die Elektrode 5 - 15 min in die Reinigungslösung.
- Befüllen Sie die Schutzkappe der Elektrode mit einer Aufbewahrungslösung und bewahren Sie die Elektrode bis zum nächsten Gebrauch darin auf



Danke für's Durchlesen!

Unsere Experten sind gerne für Sie da:

Visit us at
hannainstruments.at

Email us at
info@hannainstruments.at

Call us at
+43(0)316 720029

