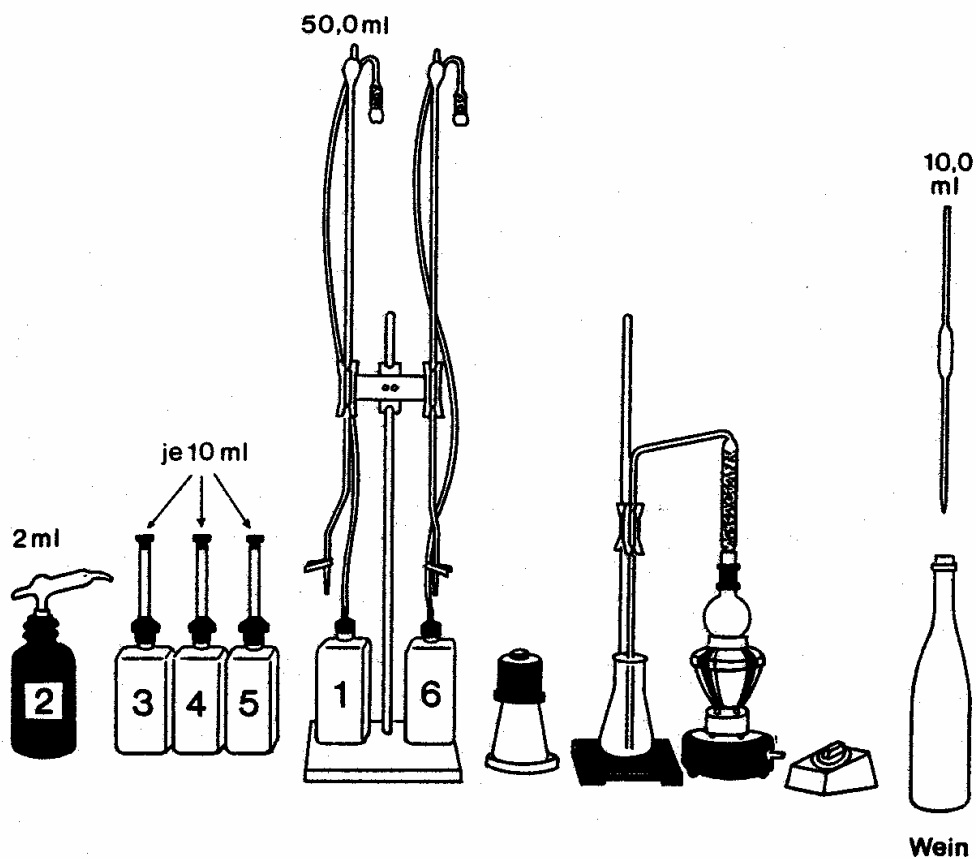


**- Destillation der gesamten
schwefligen Säure nach
Dr. REBELEIN -**

Seite1-4



Bestimmung der Gesamt-SO₂ nach Destillation:

- INFRAROT-Laborheizgerät ca. 5 Minuten vorheizen.
- Büretten überprüfen. Der Meniskus der Lösungen muß auf der obersten Marke der Büretten aufsitzen. Tropfen von Bürettenhähnen entfernen. Dosierzylinder auffüllen.
- In den Reaktionskolben (200 ml Erlenmeyerkolben) 50,0 ml „Schwefel 1“ einlaufen lassen, Bürettenhahn an der Innenwand des Kolbens abstreifen und Kolben unter Destillierrohr stellen.
- In 100 ml Stehkolben (Destillierkolben) einen gestrichenen Spatellöffel Bimssteine, 1-2 Tropfen Silicon-Antischaum-Lösung und 2 ml „Schwefel 2“ (Kipp-Pipette) geben.
- 10,0 ml der Untersuchungsflüssigkeit zufügen (Ausblas-Pipette). Bitte Kapitel „Richtige Pipettiertechnik“ beachten.
- 10 ml „Schwefel 3“ zukippen (Dosierzylinder) und Kolben sofort dicht an den Siliconstopfen des Destillierrohres anschließen.
- Destillierkolben auf INFRAROT-Laborheizgerät einschwenken und Destillierrohr bis zum Boden des Reaktionskolbens absenken. Erforderlichenfalls Reaktionskolben zur Nivellierung mit Alu-Scheibe unterlegen.
- Kurzzeitmesser auf 3 Min. stellen, destillieren.
- Nach der Destillation Halter mit Destillierrohr 5-10 cm hochstellen und Rohr um 180° nach der Seite schwenken, Destillierkolben abnehmen und am Destillierrohr haftende Flüssigkeit gut mit dest. Wasser in den Reaktionskolben abspülen.
- Gummikappe über den Reaktionskolben stülpen, Kolben in Petrischale einstellen und mit Leitungswasser abkühlen.
- In die auf Zimmertemperatur abgekühlte Flüssigkeit (nach 2-3 Minuten) in der angegebenen Reihenfolge unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml „Schwefel 4“ und „Schwefel 5“ kippen (Dosierzylinder).
- Die nun tiefblaue Flüssigkeit mit „Schwefel 6“ auf Entfärbung titrieren. Bürettenwert ablesen. Beispiel: Der Meniskus der Titrationslösung steht bei 232. Die untersuchte Probe enthält 232 mg/l Gesamt-SO₂.
- Büretten für die nächste Bestimmung auf die Startmarke auffüllen. Büretten nicht voll- oder teilentleert stehen lassen.

Probenvorbereitung:

Die Kohlensäure darf aus der zu untersuchenden Flüssigkeit nicht durch Schütteln und Filtrieren entfernt werden, weil sonst auch SO₂ verloren ginge. Notfalls die Probe mit einem Meßzylinder genau abmessen.

Durch Zusatz von 1-2 Tropfen Silicon-Antischaum-Lösung läßt sich das Schäumen während der Destillation vermeiden. Sollte dennoch einmal Flüssigkeit aus dem Destillierkolben überschäumen, destilliere man zur Säuberung des Destillationsrohres ca. 10 ml dest. Wasser.

Richtige Pipettiertechnik:

Pipette stets mit der abzumessenden Flüssigkeit vorspülen! Flüssigkeit ca. 2 cm über Ringmarke ansaugen, Pipette mit Zellstofftuch abtrocknen, auf Marke einstellen, wobei man die Spitze zum Ablassen überschüssiger Flüssigkeit an die Wandung eines speziell dafür bereitgestellten Becherglases anlegt und anschließend abstreift. Pipetteninhalt verlustlos unter geringem Eintauchen der Pipettenspitze in das vorgelegte Wasser einbringen. Nach Ablauf der Flüssigkeit Pipettenspitze ca. 2 cm über Niveau an die Kolbenwand anlegen, nach ca. 15 Sekunden Pipette ausblasen und Pipettenspitze abstreifen.

Blindtitration zur Kontrolle der Lösungen:

50,0 ml „Schwefel 1“ in 200 ml Erlenmeyer-Kolben einlaufen lassen, je 10 ml „Schwefel 4“ und „Schwefel 5“ zukippen und die Flüssigkeit mit „Schwefel 6“ auf Entfärbung titrieren. Es muß innerhalb einer Toleranz von etwa ± 2 mg/l ein Gesamt-SO₂-Gehalt von 0 mg/l ermittelt werden.

Bemerkungen zur Analysenmethode:

Bei der Bestimmung wird die schweflige Säure quantitativ in ein alkalisch gehaltenes Oxidationsgemisch übergetrieben und nach Ansäuern das nicht verbrauchte Oxidationsmittel zurücktitriert.

Das SO₂-Destillierrohr könnte auch für die Alkoholbestimmung benutzt werden. Besser verwendet man dafür jedoch das Alkohol-Destillierrohr mit Glaskugeln. Das bei der SO₂-Destillation im Übermaß zugeetzte Methanol dient als Schleppmittel und belegt die Destillationskolonne nachhaltig. Wollte man nach einer SO₂-Bestimmung mit derselben Apparatur eine Alkoholbestimmung durchführen, müßte man vorher das in der Kolonne befindliche Methanol durch eine 10 minütige Wasserddestillation austreiben.

Bestimmung der freien SO₂ ohne Berücksichtigung der Reduktone und der Ascorbinsäure

- 10,0 ml der Probe in 100 ml Stehkolben pipettieren.
- Dazu in der angegebenen Reihenfolge unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml „Schwefel 3“ und „Schwefel 4“ geben.
- Mit „Schwefel 1“ titrieren, bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt. (Reduktone und Ascorbinsäure oxidieren langsamer als SO₂, weshalb bei deren Anwesenheit die zunächst auftretende Blaufärbung bald wieder verschwindet. Diese „ziehende“ Titration ist erst beendet, wenn die Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang stabil ist.
- Bürettenwert mit Faktor 10 multiplizieren. Dieser Wert gibt den Gehalt freier SO₂ mit Reduktone und Ascorbinsäure in mg/l an.
Beispiel: Der Meniskus der Titrationslösung steht bei 2,5 ml. Die untersuchte Probe enthält 2,5 x 10 = 25 mg/l freie SO₂.

Spezifische Bestimmung der freien SO₂ mit Berücksichtigung der Reduktone und der Ascorbinsäure

Variante 1

Es sind zu ermitteln in 2 Arbeitsgängen:

1 a) freie SO₂ mit Reduktone und Ascorbinsäure gemäß **obiger** Vorschrift

1 b) Reduktone und Ascorbinsäure alleine

Die Differenz 1a) - 1 b) ergibt den Gehalt echter freier SO₂.

1 b) Ermittlung der Reduktone und der Ascorbinsäure

- 10,0 ml Probe in 100 ml Stehkolben pipettieren.
- 2 ml Glyoxallösung zusetzen und leicht umschütteln (Glyoxal bindet freies SO₂).
- Nach 5 Minuten unter Umschwenken je 10 ml „Schwefel 3“ und „Schwefel 4“ zugeben.
- Mit „Schwefel 1“ titrieren, bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt.
- Bürettenwert mit Faktor 10 multiplizieren. Dieser Wert gibt Reduktone und Ascorbinsäure in mg/l an.

Berechnung der echten freien SO₂

SO ₂ , Reduktone, Ascorbinsäure (1 a)	66 mg/l
Reduktone, Ascorbinsäure (1b)	- 18 mg/l

echte freie SO ₂	48 mg/l

Variante 2

Die nach Oxidation der freien SO₂, der Reduktone und der Ascorbinsäure noch übrige gebundene SO₂ wird abdestilliert und deren Wert von dem Ergebnis der gesamten SO₂ abgezogen. Die Methode ist besonders für dunkel gefärbte Flüssigkeiten geeignet.

- 10,0 ml der Probe in 100 ml Stehkolben pipettieren.
- Dazu in der angegebenen Reihenfolge unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml „Schwefel 3“ und „Schwefel 4“ geben.
- Mit „Schwefel 1“ titrieren, bis eine schwache Blaufärbung mindestens 30 Sekunden lang bestehen bleibt.
- Zu der austitrierten Flüssigkeit im 100 ml-Kolben einen gestrichenen Spatellöffel Bimssteine, 1-2 Tropfen Silicon-Antischaum-Lösung sowie 2 ml „Schwefel 2“ geben und Kolben an das Destillierrohr anschließen.
- 50,0 ml „Schwefel 1“ in 200 ml Erlenmeyerkolben einlaufen lassen und Kolben unter das Destillierrohr stellen, 100 ml-Destillierkolben auf den Brenner einschwenken und Destillierrohr bis zum Boden des 200 ml-Reaktionskolbens einfahren.
- Wegen der gegenüber einer Gesamt-SO₂-Destillation vergrößerten Flüssigkeitsmenge den Kurzzeitmesser auf 4 Minuten einstellen, destillieren.
- Destillierrohr hochstellen, 100 ml-Destillierkolben abnehmen und am Destillierrohrausgang haftende Flüssigkeit mit dest. Wasser in den 200 ml-Reaktionskolben abspülen.
 - Gummikappe über den 200 ml-Reaktionskolben stülpen, Kolben in Petrischale einstellen und mit Leitungswasser auf Zimmertemperatur abkühlen.
- In der angegebenen Reihenfolge unter Umschwenken des Kolbens je 10 ml „Schwefel 4“ und „Schwefel 5“ einbringen.
- Mit „Schwefel 6“ Flüssigkeit auf Entfärbung titrieren. Der Bürettenwert gibt den Gehalt an gebundener SO₂ in mg/l an.

Berechnung der spezifischen freien SO₂ nach Variante 2

Zur Ermittlung der spezifischen freien SO₂ (ohne Ascorbinsäure und Reduktone) muß der für die gebundene SO₂ ermittelte Wert von dem für die Gesamt-SO₂ gefundene Wert abgezogen werden. Die Differenz ist die spezifische freie SO₂.

Beispiel:	Ermittelte gesamte SO ₂	280 mg/l
	Ermittelte gebundene SO ₂	- 245 mg/l

	Errechnete freie SO ₂	35 mg/l

Destillation der SO₂ nach Rebelein - Stückliste -

- 1 Infrarot-Labor-Heizgerät (dazu Anleitung)
- 1 Laborwecker -digital-
- 2 Stative mit Alu-Stäben 600 x 12 mm
- 1 SO₂-Destillierrohr (mit Raschigringen) mit Siliconstopfen 21/16x25 mm
- 1 Destillierrohrhalter
- 1 Automatikus-Bürette 50 ml TTS für „Schwefel 1“
- 1 Automatikus-Bürette „SO₂-Destillation nach Dr. Rebelein“ TTS für „Schwefel 6“
- 1 Bürettenhalter 10 – 14 / 12
- 1 Ausblas-Vollpipette 10 ml für Untersuchungsprobe
- 1 Kipp-Pipette 2 ml mit Siliconstopfen 31/25 x 30 mm für „Schwefel 2“
- 3 Dosierzylinder 10 ml für „Schwefel 3“, „Schwefel 4“ und „Schwefel 5“
- 2 Stehkolben mittellang 100 ml, NS 19/26 mit Wärmeschutz (Destillierkolben)
- 2 Erlenmeyer-Kolben enghalsig 200 ml (Reaktionsgefäße)
- 1 Alu-Scheibe 130 x 130 x 2,5 mm für Nivellierung Brenner/Reaktionskolben
- 1 Gummikappe Größe 4a als Haube
- 1 Petrischale ca. 95 mm Ø
als Einstellbehälter für Reaktionsgefäß bei der Kühlung mit Leitungswasser
- 1 Poly-Spritzflasche 500 ml für destilliertes Wasser
- 1 x Bimssteine zur Analyse (Riedel-de-Haen)
- 1 Löffel für Bimssteine
- 1 x 100 ml Silicon-Antischaumlösung für Destillation
- 1 Mappe Informationsmaterial

Reagenzien-Erstausrüstung

- Schwefel 1 500 ml in Poly-Flasche
- Schwefel 2 500 ml in Glas-Flasche
- Schwefel 3 500 ml in Poly-Flasche
- Schwefel 4 500 ml in Poly-Flasche
- Schwefel 5 500 ml in Poly-Flasche
- Schwefel 6 500 ml in Poly-Flasche

Bedarf pro Analyse

- (50,0 ml / Bürette)
- (2 ml / Kipp-Pipette)
- (10 ml / Dosierzylinder)
- (10 ml / Dosierzylinder)
- (10 ml / Dosierzylinder)
- (variabel / Bürette)

Empfehlenswertes Zubehör:

- Abtropfgestell für Gläser, Kolben, Zylinder
- Pipettenstativ aus Polypropylen