Eine elektrometrische Bestimmung der schwefligen Säure in hochfarbigen Flüssigkeiten

Autor(en): **Tanner, H. / Rentschler, H.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **42 (1951)**

Heft 6

PDF erstellt am: **31.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-982473

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Eine elektrometrische Bestimmung der schwefligen Säure in hochfarbigen Flüssigkeiten

Von *H. Tanner* und *H. Rentschler*

(Aus dem getränkechemischen Laboratorium der Eidg. Versuchsanstalt Wädenswil)

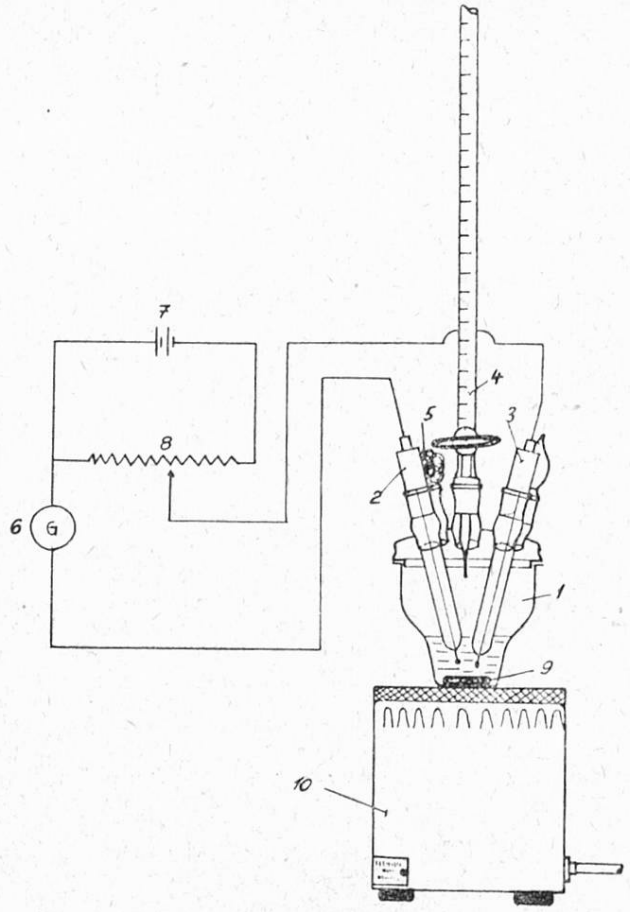
Für die Bestimmung der freien und der gesamten schwefligen Säure, z.B. in Getränken, wird das Verfahren der Titration mit n/50-Jodlösung unter Zusatz von Stärke als Indikator allgemein angewendet. Schwierigkeiten treten bei dieser Bestimmungsmethode dann auf, wenn stark gefärbte Lösungen, wie z.B. tiefrote Weine, Trauben- oder Beerensäfte untersucht werden sollen. Hier vermag man den Endpunkt der Titration — das Auftreten der blauen Farbe der Jodstärke — infolge der Anwesenheit der roten Anthocyanfarbstoffe oft kaum zu erkennen. Wohl kann man sich damit etwas behelfen, dass man die auf SO_2 zu prüfende, stark gefärbte Lösung mit Wasser verdünnt, wodurch die Farbintensität etwas reduziert werden kann. Doch wird die Genauigkeit der Bestimmung durch ein solches Vorgehen beeinträchtigt. — Ein weiterer Behelf besteht in der Verwendung einer gelben Lampe, mittels welcher die zu titrierende Lösung beleuchtet wird [1]). Dadurch kann der auftretende Farbumschlag etwas besser beobachtet werden, jedoch sind auch in diesem Falle der genauen Beobachtung Grenzen gesetzt.

Es ist bekannt, dass sich elektrometrische Messungen für die Ermittlung der Endpunkte von Oxydationsprozessen gut eignen. Wir möchten im folgenden ein Verfahren für die Bestimmung der schwefligen Säure beschreiben, welches gestattet, den Endpunkt der Oxydation von SO_2 mittels Jodlösung elektrometrisch zu erfassen. Bei diesem Verfahren bedienen wir uns der sog. Nullpunktsmethode (dead stop), wie sie von *Foulk* und *Bawden* [2]) ausführlich beschrieben worden ist.

Der Aufbau der von uns benützten Apparatur sei durch die nachstehende Skizze erläutert. Die Apparatur besteht aus einem Titrierbecher (1) *), in welchen 2 Platinelektroden (2 und 3) **) mittels Schliffen eingesetzt sind. Ein weiterer Schliff trägt eine Bürette (4) von 25 cm^3 Inhalt, während ein vierter Schliff (5) mit einem Wattebausch verschlossen ist. Der fünfte für die Bestimmung nicht benötigte Schliff wird mittels eines Glasstöpsels verschlossen. Die beiden Platinelektroden stehen mit einem empfindlichen Galvanometer (6; ca. 10^{-7} Ampère pro Skalenteil) und einer Stromquelle (7; 4 V) in Verbindung, welch letztere durch Zwischenschaltung eines geeigneten Widerstandes (8; 40—50 Ohm) so bemessen werden kann, dass eine Spannung von nur 10—30 Millivolt an die Elektroden angelegt werden kann.

---

*) Lieferant: Metrohm AG, Herisau, Schweiz. Bezeichnung des Titriergefässes: EA 615.
**) Gleicher Lieferant. Bezeichnung der Elektroden: EA 202.



Eine elektromotorische Kraft, d.h. ein Ausschlag am Galvanometer, wird im vorliegenden Falle dann auftreten, wenn eine SO_2-haltige Flüssigkeit mittels Jodlösung oxydiert wird; denn beim Auftreten eines geringen Überschusses von Jod (dem Endpunkt der Oxydation!) tritt eine depolarisierende Wirkung an der Kathode auf, so dass die angelegte Spannung von 10—30 Millivolt um diese Depolarisationsspannung vergrössert wird. Der Endpunkt der Reaktion, d.h. die völlige Oxydation der vorhandenen SO_2 zu SO_3, wird somit durch eine plötzlich auftretende und bestehenbleibende Abweichung der Galvanometernadel von der bei Anwesenheit von SO_2 herrschenden Ruhelage gekennzeichnet.

Für die Bestimmung der freien schwefligen Säure nach dem von uns vorgeschlagenen Verfahren werden 50 cm^3 der zu prüfenden Flüssigkeit abgemessen und vorsichtig (Vermeiden von SO_2-Verlusten) in das Titrationsgefäss gegossen. Nach dem Ansäuern der Lösung mit 5 cm^3 H_2SO_4 (1 : 4) werden die Platinelektroden mit dem Galvanometer, der Stromquelle und dem Widerstand gemäss Skizze verbunden. Durch Verschieben des Widerstandes wird der Zeigerausschlag des Galvanometers beispielsweise am linken Ende der Zeigerskala fixiert. Auf dem Boden des Titriergefässes befindet sich ein Glasröhrchen (9) mit eingeschmolzenem Eisendraht, welches durch einen Magnetrührer (10) in Bewegung gesetzt wird. Unter ständigem Rühren lässt man nun aus der Bürette die n/50-Jodlösung so lange zufliessen, bis am Galvanometer ein bleibender starker Aus-

schlag beobachtet werden kann. Der auftretende Zeigerausschlag ist bei richtiger Wahl der Empfindlichkeit sehr stark, so dass der Endpunkt der Oxydation sehr scharf ermittelt werden kann.

Zur Kontrolle des vorgeschlagenen Verfahrens verwendet man vorteilhaft einen Weisswein, welchem vor Durchführung der SO_2-Bestimmung zusätzlich etwas lösliche Stärke zugesetzt wurde. Bei Durchführung der SO_2-Bestimmung nach dem elektrometrischen Verfahren wird man leicht feststellen können, dass der bei völliger Oxydation der anwesenden freien schwefligen Säure auftretende Galvanometerausschlag mit dem ersten Auftreten einer bleibenden Blaufärbung der Lösung (Jodstärke) koinzidiert.

Für die Bestimmung der *gesamten* schwefligen Säure wird durch Zusatz von Natronlauge in bekannter Weise verseift und die gesamte schweflige Säure nach erfolgtem Ansäuern in gleicher Weise ermittelt.

Sofern für die elektrometrische Bestimmung der schwefligen Säure kein Titrationsgefäss mit eingesetzten Schliffen zur Verfügung steht, so kann an dessen Stelle auch ein 200-cm^3-Erlenmeyer mit weitem Hals verwendet werden. Die beiden Platinelektroden und die Bürette werden mittels eines Gummizapfens befestigt. Beim Fehlen einer geeigneten Rühreinrichtung kann zudem der Erlenmeyer von Hand bewegt und gleichzeitig die Jodlösung zufliessen gelassen werden.

Zusammenfassung

Es wird über ein elektrometrisches Verfahren zur Bestimmung der schwefligen Säure berichtet. Für die Titration mittels Jodlösung benötigt man keinen Indikator (Stärke), weil der Endpunkt der Titration in Form des Zeigerausschlages an einem empfindlichen Galvanometer ermittelt werden kann. Das Verfahren eignet sich besonders für die Bestimmung der freien und gesamten schwefligen Säure in hochfarbigen Flüssigkeiten, z.B. Rotweinen, Trauben- und Beerensäften, deren bei Titrationsende auftretende Blaufärbung durch Jodstärke nicht einwandfrei beobachtet werden kann.

Résumé

L'auteur propose une méthode de dosage électrométrique de l'acide sulfureux. Il n'y a pas besoin d'indicateur (amidon) pour la titration à l'iode, car la fin de cette titration est marquée par une déviation brusque de l'aiguille d'un galvanomètre sensible. Ce procédé convient particulièrement au dosage de l'acide sulfureux libre et total dans les liquides fortement colorés tels que le vin rouge, les jus de raisin et de baies, dans lesquels on distingue mal l'apparition de la couleur bleue due à l'amidon à la fin du titrage.

Literatur

[1]) *L. Benvegnin* und *E. Capt*, Mitt. **22**, 365 (1931).
[2]) J. Amer. Chem. Soc. **48**, 2045 (1926).