

APPLICATION NOTE

Bestimmung von Schwefeldioxid (SO₂) in Lebensmitteln Alkalimetrische Methode für Proben ohne weitere flüchtige Säuren

Methode basierend auf den Normen **DIN EN 1988-1:1998-05** - Lebensmittel - Bestimmung von Sulfit - Teil 1: Optimiertes Monier-Williams-Verfahren und **AOAC 990.28** - Sulfites in Foods – Optimized Monier-Williams Method



Einleitung

Schwefeldioxid (SO₂) und Sulfite werden aufgrund ihrer Eigenschaften in der Lebensmittelindustrie häufig als Konservierungs- und Antioxidationsmittel eingesetzt. Besonders oft findet man Schwefeldioxid in Trockenfrüchten, Fruchtsäften, Marmelade, Wein, Kartoffelgerichten und Meeresfrüchten. Es hemmt das Wachstum von Pilz- und Bakterienkulturen und verlängert dadurch die Haltbarkeit von Lebensmitteln. Zudem verlangsamt Schwefeldioxid den Oxidationsprozess von Lebensmitteln bei Kontakt mit Sauerstoff. So kann der Abbau von Farbstoffen, Vitaminen und Aromen in Lebensmitteln deutlich verzögert werden, sodass sie länger frisch bleiben. Bei Trockenfrüchten wie Aprikosen bleibt beispielsweise die gelbe Farbe länger erhalten, wodurch einer braunen Einfärbung der Früchte entgegengewirkt wird.

Doch aufgrund der toxischen Wirkung von Schwefeldioxid ist der Einsatz in Lebensmitteln nicht ganz unbedenklich. Denn obwohl die Aufnahme von geringen Mengen bei den meisten Menschen kein Problem darstellt, kommt es immer wieder zu Unverträglichkeitsreaktionen wie z.B. Kopfschmerzen und Übelkeit. Im schlimmsten Fall kann es sogar zu allergischen Reaktionen kommen. Daher gibt es international geltende Grenzwerte für den Einsatz von Schwefeldioxid. Bei Überschreitung bestimmter Konzentrationen - in der EU und den USA bei 10 mg/kg bzw. 10 mg/l - besteht daher eine Kennzeichnungspflicht. Bei verpackten Lebensmitteln müssen Schwefeldioxid und Sulfite beispielsweise als Zusatzstoff mit den Nummern E220 – E228 angegeben werden, bei Wein mit dem Zusatz „enthält Sulfite“ und bei lose verkauften Lebensmitteln mit der Angabe „geschwefelt“.

Aufgrund der toxikologischen Wirkung ist die Überprüfung der Einhaltung der vorgeschriebenen Grenzwerte notwendig. Gleichzeitig muss überprüft werden, ob der Gehalt ausreichend ist, um die volle Wirkung von SO₂ zu nutzen. Mit dem **VAPODEST 550** und **550 C** und der Applikation „Schwefeldioxid in Lebensmitteln“ kann der Schwefeldioxidgehalt in Proben zuverlässig und automatisiert bestimmt werden.

C. Gerhardt Geräte:

- VAPODEST (200 – 450) – säurefeste Ausführung
- Alternativ: VAPODEST 550 und VAPODEST 550 C

Zusätzliche Ausstattung:

- Mixer für die Homogenisierung
- Analysenwaage
- pH-Meter

APPLICATION NOTE

Die Methode

Ermittlung Blindwert

Die Destillation von Schwefeldioxid wird titrimetrisch über einen fixen pH-Endpunkt bestimmt. Der fixe pH-Endpunkt basiert auf dem Blindwert der Chemikalien. Im ersten Schritt wird dieser Blindwert über eine Leer-Destillation von Phosphorsäure und destilliertem Wasser ermittelt.

➔ **Applikationsnotiz:** Die Vorlagenlösung sollte für eine hohe Präzision tagesaktuell hergestellt werden.

Probenvorbereitung und Planung

Feste Proben werden zunächst zerkleinert und homogenisiert. Für die Methode ist eine geeignete Probenmenge entscheidend. Diese sollte sich an dem Schwefeldioxidgehaltes der Probe orientieren. Dafür haben wir eine Tabelle für die Vereinfachung der Routine angefertigt.

SO ₂ -Gehalt [mg/kg] bzw. [mg/l]	Einwaage [g] bzw. [ml]
≤ 10	≥ 50
10 - 20	50
20 - 50	25
50 - 100	15
100 - 200	10
200 - 500	5
500 - 1500	2
≥ 1500	1

➔ **Applikationsnotiz:** Besonders bei größeren Probenmengen oder stark schäumenden Proben werden die 800 ml Gläser von C. Gerhardt empfohlen.

Einwaage und Zugabe Phosphorsäure

Feste Proben werden mit Wägebepapier auf 0,1 mg genau in das Aufschlussglas eingewogen und mit 100 ml destilliertem Wasser bedeckt. Bei flüssigen Proben wird das entsprechende Volumen in den Kolben einpipettiert. Anschließend erfolgt die Zugabe der Phosphorsäure und die Destillation kann gestartet werden.

➔ **Applikationsnotiz:** Zwischen der Zugabe der Phosphorsäure und dem Einspannen des Glases sollte so wenig Zeit wie möglich liegen. Durch die automatische Zugabe der Phosphorsäure in den **VAPODEST-Systemen** wird die Gefahr der zu frühen Freigabe des Schwefeldioxids beseitigt.

Destillation und Titration

Während der Destillation wird das Schwefeldioxid in der Vorlagenlösung aufgefangen und im letzten Schritt auf den fixen pH Endpunkt (liegt normalerweise zwischen {4,4-4,5}) mittels einer Natronlauge (NaOH) titriert.

➔ **Applikationsnotiz:** Für eine hohe Präzision sollte die hier verwendete NaOH möglichst frisch sein und der Titer sollte regelmäßig überprüft werden.

Überprüfung der Wiederfindungsrate

Zur Kontrolle wird die Wiederfindungsrate einer Standardlösung Natriumdisulfit überprüft. Diese sollte mindestens 85 % betragen.

➔ **Applikationsnotiz:** Die Lösung sollte für eine hohe Präzision immer frisch hergestellt werden.

APPLICATION NOTE

Analyseergebnisse für FAPAS-Kontrollmaterial mit dem VAPODEST

Probentyp	Probenmenge	Erwarteter Gehalt [mg/kg]	Gemessener Gehalt [mg/kg]	z-Score	Wiederfindung [%]	Standardabweichung [%]
Natriumdisulfit-Lösung	10 ml	99,8	94,8	-	95,0	1,0 %
Fleisch	5 g	460	477	0,58	-	0,7 %
Getrocknete Aprikosen	2,5 g	2119	2152	0,31	-	0,4 %

Fazit

Schwefeldioxid ist ein wichtiger Zusatzstoff für die Industrie um Haltbarkeit und ansprechende Optik von Lebensmitteln zu gewährleisten. Aufgrund seiner toxischen Eigenschaften darf Schwefeldioxid aber nur in festgelegten Mengen eingesetzt werden. Für die Bestimmung des Schwefeldioxidgehalts wurden die **VAPODEST Wasserdampfdestillationssysteme** optimiert und erleichtern durch die Teilautomatisierung (**VAPODEST 550**) bzw. Vollautomatisierung (**VAPODEST 550 C**) die Arbeit des Anwenders im Labor bei gleichzeitiger Produktivitätssteigerung.

Für weitere Informationen oder andere Anwendungen wenden Sie sich bitte an:

application@gerhardt.de