ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным учреждением — Всероссийским научно-исследовательским институтом пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности (ВНИИ ПБ и ВП), Техническим комитетом по стандартизации ТК 91 «Пивоваренная, безалкогольная и винодельческая продукция», Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхозпрода России и Рабочей группой, образованной в рамках программы TACIS

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 27 июня 2000 г. № 169-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с Регламентом ЕЭС 2676/90 Комиссии от 17 сентября 1990 г. (Официальный вестник Европейских Сообществ от 03.10.90), устанавливающим методы анализа, действующие в Сообществе, в области производства вина, приложение, глава 13 «Общая кислотность»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Поправкой (ИУС 7—2007)

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

The alcohol production and raw material for it producing.
Methods for determination of titrating acids

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию и сырье для ее производства: вина, виноматериалы, спиртные и слабоалкогольные напитки и соки для промышленной переработки (далее — продукт) и устанавливает методы определения массовой концентрации титруемых кислот.

Методы основаны на кислотно-щелочном титровании определенного объема продукта в присутствии индикатора бромтимолового синего и с применением потенциометра до получения нейтральной реакции.

(Поправка).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7164—78 Приборы автоматические следящего уравновешивания ГСП. Общие технические условия

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51144—98 Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

титруемая кислотность: Сумма свободных кислот и их кислых солей продукта, грамм на кубический дециметр (грамм на литр), определяемых титрованием раствором щелочи при приведении pH продукта к 7.

4 Метод определения массовой концентрации титруемых кислот с применением индикатора

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Насос лабораторный любого типа.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 номинальной вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 250 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 1,5 и 10 $см^3$.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 $см^3$.

Цилиндры мерные ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 500 $см^3$.

Колбы с тубусом по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 1000 $см^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы молярной концентрации (NaOH или KOH) = 0,1 моль/$дм^3$ и (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Бромтимоловый синий [1].

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

4.2 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0, ГОСТ Р 51144.

4.3 Подготовка к определению

4.3.1 Приготовление раствора бромтимолового синего

0,4 г бромтимолового синего растворяют в 20 $см^3$ ректификованного этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки свежевскипяченной охлажденной до 20 °С дистиллированной водой.

4.3.2 Приготовление буферного раствора pH 7,0

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 107,30 г однозамещенного фосфорнокислого калия в 500 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/$дм^3$ и доводят объем до метки охлажденной до 20 °С дистиллированной водой.

4.3.3 Удаление двуокиси углерода вакуумом из продуктов, содержащих избыток двуокиси углерода

В колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 50 $см^3$ продукта, встряхивают 1—2 мин и одновременно создают вакуум с помощью лабораторного насоса.

4.3.4 Удаление двуокиси углерода нагреванием

В коническую колбу отмеряют пипеткой 10 $см^3$ продукта, добавляют 25 $см^3$ дистиллированной воды и доводят до кипения.

4.3.5 Подготовка концентрированного сока (сусла)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 200 $см^3$ концентрированного сока (сусла), доводят объем до метки дистиллированной водой. Закрывают пробкой и тщательно перемешивают до однородного состояния.

4.4 Проведение определения

4.4.1 При удалении двуокиси углерода под вакуумом

В коническую колбу наливают 25 $см^3$ свежевскипяченной охлажденной дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора бромтимолового синего, 10 $см^3$ дегазированного под вакуумом продукта (4.3.3) и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до появления зелено-синей окраски, сразу же добавляют 5 $см^3$ буферного раствора (4.3.2). Полученный

раствор служит раствором сравнения. Затем в другую коническую колбу наливают 30 см^3 свежевскипяченной охлажденной дистиллированной воды, 1 см^3 раствора бромтимолового синего и 10 см^3 дегазированного под вакуумом продукта, а затем титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления окраски, идентичной окраске раствора сравнения.

4.4.2 При удалении двуокиси углерода нагреванием

К доведенному до кипения продукту (4.3.4) добавляют 1 см^3 раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления зелено-синей окраски, а затем сразу же приливают 5 см^3 буферного раствора (4.3.2). Полученный раствор служит раствором сравнения. Затем в другую коническую колбу отмеряют 10 см^3 продукта, 30 см^3 дистиллированной воды, нагревают до кипения, добавляют 1 см^3 раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления окраски, идентичной окраске раствора сравнения.

4.4.3 Раствор сравнения готовят отдельно для каждой партии.

4.4.4 При арбитражных определениях раствор сравнения готовят в каждом определении.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую концентрацию титруемых кислот X, г/дм^3 (г/л), в пересчете на винную или яблочную кислоту вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 1000}{10}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование 10 см^3 продукта, см^3;

K — масса оттитрованных кислот, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 и равная для винной кислоты — 0,0075, для яблочной — 0,0067 г;

1000 — коэффициент пересчета результатов на 1 дм^3;

10 — объем исследуемого продукта, взятый для титрования, см^3.

Вычисление проводят до второго десятичного знака. За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

5 Метод определения массовой концентрации титруемых кислот с применением потенциометра

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Потенциометр по ГОСТ 7164.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 10 см^3.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 см^3.

Стаканы низкие по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 50 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы молярной концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра, х. ч.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2 Отбор проб

Отбор проб — по 4.2.

5.3 Подготовка к определению

Подготовка продукта (кроме концентрированного сока) к определению — по 4.3.3, концентрированного сока (сусла) — по 4.3.5.

5.4 Проведение определения

5.4.1 Потенциометр настраивают согласно прилагаемой инструкции.

5.4.2 В стакан отмеряют 10 см^3 продукта, из которого предварительно удаляют двуокись углерода под вакуумом (4.3.3), добавляют 10 см^3 свежевскипяченной охлажденной дистиллированной

воды и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, наблюдая за показаниями потенциометра. Титрование заканчивают при значении pH 7,0 при 20 °С.

5.5 Обработка результатов

Обработка результатов — по 4.5.

6 Метрологические характеристики

6.1 Сходимость

Разность результатов двух определений, полученных при анализе одной и той же пробы, одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать при вероятности $P = 0,95$:

для вин и виноматериалов — 0,04 г/дм^3 (г/л);

для остальных продуктов (раздел 1) — 0,07 г/дм^3 (г/л).

6.2 Воспроизводимость

Разность результатов двух единичных и независимых определений, полученных двумя лаборантами, работающими в разных лабораториях с одной и той же пробой при вероятности $P = 0,95$, не должна превышать:

для вин и виноматериалов — 0,2 г/дм^3 (г/л);

для остальных продуктов (раздел 1) — 0,3 г/дм^3 (г/л).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-2086—77, Бромтимоловый синий
ТУ 6-09-4530—77

УДК 663.5.001.4:006.354 ОКС 67.080.10 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9108

Ключевые слова: алкогольная продукция, сырье для ее производства, титруемые кислоты, проведение определения, обработка результатов, метрологические характеристики

к ГОСТ Р 51621—2000 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Первый абзац	спиртные напитки	спиртные и слабоалкогольные напитки

(ИУС № 7 2007 г.)

к ГОСТ Р 51621—2000 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Первый абзац	спиртные напитки	спиртные и слабоалкогольные напитки

(ИУС № 7 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru