МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.841/.851.001.4:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Методы определения диоксида серы

ГОСТ 25555.5—91

Fruit and vegetable products.
Methods for determination of sulphur dioxide

МКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей и устанавливает количественные (дистилляционный, йодометрический) и качественный методы определения диоксида серы (сернистого ангидрида).

Требования стандарта являются обязательными.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб плодоовощных консервов — по ГОСТ 26313, подготовка проб — по ГОСТ 26671.

1.2. Отбор и подготовка проб сушеных фруктов — по ГОСТ 1750, сушеных овощей — по ГОСТ 13341.

1.3. Отбор и подготовка проб других видов продукции — по соответствующим стандартам на продукцию.

2. ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на вытеснении диоксида серы из продукта в кислой среде потоком инертного газа в приемник, окислении его перекисью водорода до серной кислоты и определении последней ацидиметрическим методом.

2.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, 3-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг, 4-го класса точности.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Колба трехгорлая по ГОСТ 25336 вместимостью 500 или 1000 $см^3$.

Бюретка по НТД вместимостью 25 или 50 $см^3$.

Пипетки по НТД вместимостью 5 и 10 $см^3$.

Цилиндр или мензурка по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$.

Холодильник по ГОСТ 25336 типа ХШ-1—300.

Каплеуловитель по ГОСТ 25336.

Пробирки по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$.

Капельница по ГОСТ 25336.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. С 1 января 2010 г. на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Воронка капельная по ГОСТ 25336 вместимостью 10 см³.

Кислота для подкисления пробы: кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 % или кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 25 %.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, раствор с объемной долей 3 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, раствор с объемной долей 20 %.

Бромфеноловый синий, раствор массовой концентрации 1 г/дм³ в этиловом спирте с объемной долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, титрованные растворы c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ и c (NaOH) = 0,01 моль/дм³. Титрованный раствор готовят по ГОСТ 25794.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гелий газообразный очищенный марки Б или азот газообразный, не содержащий диоксида серы.

Примечания:

1. Квалификация применяемых реактивов должна быть не ниже ч.
2. Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных и реактивов более высокой квалификации.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Собирают установку для перегонки, как указано на чертеже.

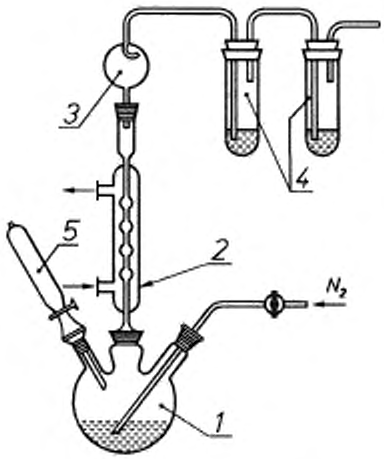
2.3.2. *Проверка реактивов на чистоту (наличие диоксида серы)*

Приемные пробирки (барботеры) заполняют раствором перекиси водорода в количестве 5 см³ и раствором бромфенолового синего в количестве 0,1 см³ (3 капли).

В трехгорлую колбу установки вносят 100 см³ дистиллированной воды и 10 см³ кислоты для подкисления пробы.

Содержимое кипятят в течение 1 ч, пропуская инертный газ со скоростью около 5 см³/мин (в барботерах — 2—3 пузырька в секунду).

Если раствор, находящийся в барботерах, не изменяет окраску, то используемые реактивы считают пригодными для анализа.



1 — трехгорлая колба; *2* — холодильник; *3* — каплеуловитель; *4* — приемные пробирки (барботеры); *5* — капельная воронка

2.4. Проведение испытаний

Из подготовленной к анализу пробы продукта отбирают навеску массой 10,0—100,0 г в зависимости от предполагаемого содержания диоксида серы в продукте и количественно переносят в трехгорлую колбу при помощи 100—300 см³ воды. Навеску густых продуктов перед этим растирают в ступке с примерно пятикратным объемом воды.

В каждый из барботеров вносят по 5 см³ перекиси водорода и по 0,1 см³ бромфенолового синего, нейтрализуют перекись водорода, внося по каплям раствор гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,01 моль/дм³ до получения голубой окраски.

В трехгорлую колбу вставляют капельную воронку с 10 см³ кислоты для подкисления пробы, холодильник с барботерами и включают подачу инертного газа. Открывают кран капельной воронки и подкисляют содержимое колбы (при необходимости на это время прекращают подачу газа). Включают нагрев, доводят содержимое колбы до кипения и кипятят в течение 45 мин.

По истечении указанного времени сначала отсоединяют барботеры (во избежание всасывания их содержимого в систему), затем прекращают нагрев и отключают подачу инертного газа. Растворы в двух барботерах количественно объединяют. Образовавшуюся в них серную кислоту титруют раствором щелочи подходящей концентрации (в зависимости от ожидаемого содержания диоксида серы) до перехода желтой окраски раствора в синюю.

2.5. Обработка результатов

Массовую долю диоксида серы в продукте (x) в процентах вычисляют по формуле

$$x = \frac{c \cdot V \cdot M \cdot 0{,}1}{m},$$

где c — молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм³;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, см³;

M — молярная масса, $M(\frac{1}{2} SO_2) = 32{,}0$ г/моль;

m — масса навески продукта, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 5 % по отношению к среднеарифметическому, $P = 0{,}95$.

3. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на переводе свободного и связанного диоксида серы в соль сернистой кислоты, которую затем титруют в кислой среде йодом. Для учета расхода йода на другие вещества, реагирующие с ним, проводят параллельно йодометрическое титрование еще одной пробы продукта в присутствии формалина, связывающего диоксид серы.

Метод применяют для анализа жидких неокрашенных или слабоокрашенных плодовых и ягодных продуктов с содержанием диоксида серы не менее 0,001 %.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы, бюретка — по п. 2.2.

Пипетки по НТД, с делениями вместимостью 5 и 10 см³; без делений вместимостью 10 и 20 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см³.

Цилиндры или мензурки по ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 250 см³.

Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см³.

Мешалка электрическая.

Часы и таймер.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 4 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 10 %.

Йод, стандарт-титр c ($\frac{1}{2} I_2$) = 0,1 моль/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор с массовой долей 37 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания:

1. Квалификация всех применяемых реактивов должна быть не ниже ч.
2. Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных и реактивов более высокой квалификации.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. *Приготовление раствора крахмала*

13 г крахмала перемешивают с небольшим количеством воды, вносят в 150 см³ кипящей воды и кипятят 10 мин. Затем добавляют 50 г хлористого натрия, перемешивают, охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят водой до метки. Раствор годен в течение двух недель.

3.4. Проведение испытаний

3.4.1. *Определение свободного диоксида серы*

Навеску пробы продукта массой 10,0—100,0 г количественно переносят в колбу для титрования с помощью 50—100 см³ воды, добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, 1 см³ раствора

крахмала и сразу титруют раствором йода до появления голубовато-синей окраски, не исчезающей в течение 15 с.

3.4.2. *Определение связанного диоксида серы*

Сразу же после титрования свободного диоксида серы в ту же колбу добавляют 8 см³ раствора гидроокиси натрия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого добавляют 10 см³ раствора серной кислоты и немедленно титруют раствором йода до появления голубовато-синей окраски, не исчезающей в течение 15 с.

Вновь добавляют 20 см³ раствора гидроокиси натрия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 200 см³ холодной воды, тщательно перемешивают, вносят 30 см³ раствора серной кислоты и сразу же титруют раствором йода до голубовато-синей окраски, не исчезающей в течение 15 с.

3.4.3. *Внесение поправки на вещества, окисляемые йодом*

Навеску пробы продукта, масса которой точно равна массе навески, взятой по п. 3.4.1, вносят в колбу для титрования, добавляют 5 см³ формалина, колбу закрывают пробкой, тщательно перемешивают и оставляют на 30 мин. Затем добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, 1 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода до появления голубовато-синей окраски, не исчезающей в течение 15 с.

3.5. Обработка результатов

Массовую долю свободного (x_1) и общего (x_2) диоксида серы в процентах вычисляют по формулам:

$$x_1 = \frac{cM(V_1 - V_4) \cdot 0{,}1}{m},$$

$$x_2 = \frac{cM(V_1 + V_2 + V_3 - V_4) \cdot 0{,}1}{m},$$

где V_1 — объем раствора йода, израсходованного на титрование свободного диоксида серы, см³;

V_2 и V_3 — объемы раствора йода, израсходованного на титрование общего диоксида серы, см³;

V_4 — объем раствора йода, израсходованного на титрование веществ, окисляемых йодом, см³;

M — молярная масса, $M(\frac{1}{2}SO_2) = 32{,}0$ г/моль;

c — молярная концентрация раствора йода, моль/дм³;

m — масса навески, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 6 % по отношению к среднеарифметическому, $P = 0{,}95$.

(Поправка).

4. КАЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ

4.1. Сущность метода

Метод основан на обесцвечивании йодкрахмальной индикаторной бумаги диоксидом серы, вытесненным из продукта при его подкислении. При определении связанного диоксида серы навеску продукта предварительно обрабатывают щелочью.

Метод применим для продуктов с массовой долей диоксида серы не менее 0,0002 %.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры.

Пипетки по НТД вместимостью 2 и 10 см³.

Колба коническая по ГОСТ 25336, с взаимозаменяемым конусом вместимостью 100 или 250 см³.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336 типа СН 60/14.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH 7—14.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм³; при приготов-

лении раствора крахмал, разведенный водой, добавляют в кипящую воду и кипятят около 10 мин. Раствор пригоден в течение нескольких дней.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., раствор массовой концентрации 12 г/дм^3; готовят, используя раствор йодистого калия.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч. д. а., раствор с массовой долей 50 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор массовой концентрации 40 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.3. Подготовка к испытанию

Фильтровальную бумагу помещают в раствор крахмала и после пропитывания им высушивают в шкафу при температуре 30 °С; операции повторяют трижды. Подготовленную крахмальную бумагу режут на полоски размером 2 × 5 см.

4.4. Проведение испытания

4.4.1. На полоску крахмальной бумаги наносят 2—3 капли раствора йодистого калия и сразу же помещают на 5—10 с в стаканчик для взвешивания с раствором йода, укрепляя полоску с помощью крышки в воздушном пространстве над раствором йода. На полоске должно появиться светло-синее окрашивание. Приготовленную таким способом полоску йодкрахмального индикатора следует использовать немедленно.

4.4.2. В коническую колбу помещают навеску подготовленной пробы продукта массой около 20 г. В случае густых консервированных продуктов к пробе добавляют около 20 см^3, а в случае сушеных фруктов и овощей — около 50 см^3 горячей воды и содержимое колбы перемешивают. Затем вносят 2 см^3 раствора ортофосфорной кислоты и сразу же закрывают колбу пробкой, с помощью которой в воздушном пространстве над продуктом закрепляют полоску подготовленной согласно п. 4.4.1 йодкрахмальной индикаторной бумаги. Колбу помещают на кипящую водяную баню.

При содержании в продукте свободного диоксида серы не менее чем 0,0002 % индикаторная бумага должна обесцветиться не более чем через 5 мин.

Если бумага не обесцветилась, то определяют наличие связанного диоксида серы. Для этого снова берут навеску продукта, как описано выше, и подщелачивают ее, добавляя раствор гидроокиси натрия в небольшом избытке (по индикаторной универсальной бумаге). Через 5 мин смесь подкисляют раствором ортофосфорной кислоты; объем раствора кислоты должен составлять не менее 10 % объема раствора гидроокиси натрия, взятого для подщелачивания. Сразу же колбу закрывают пробкой, удерживающей полоску йодкрахмальной индикаторной бумаги, помещают колбу на кипящую водяную баню и через 5 мин оценивают обесцвечивание индикаторной бумаги.

Примечание. Метод обнаружения связанного диоксида серы не применим для продуктов, содержащих чеснок и лук (которые выделяют вещества, обесцвечивающие йодкрахмальную бумагу при обработке их гидроокисью натрия).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторско-технологическим институтом по переработке фруктов и винограда (ВНИКТИплодопром), Всесоюзным научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП), Техническим комитетом по стандартизации «Продукты переработки плодов и овощей»**

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.А. Бантыш, канд. техн. наук; **Е.В. Йорга,** канд. хим. наук; **Л.А. Спектор; М.И. Киселева; В.И. Рогачев,** д-р техн. наук; **С.Ю. Гельфанд,** канд. техн. наук; **Т.Н. Медведева,** канд. техн. наук; **Э.В. Дьяконова,** канд. техн. наук; **Л.Д. Горелик**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 23.12.91 № 2051**

3. **Стандарт соответствует ИСО 5521—81 в части принципов и процедуры обнаружения диоксида серы в продуктах с массовой долей консерванта не менее 0,0002 %; ИСО 5522—81 в части ацидиметрического метода; ИСО 5523—81 в части принципов и процедуры определения диоксида серы в неокрашенных и слабоокрашенных жидких продуктах йодометрическим методом**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 25555.5—82**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1625—89	3.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 1750—86	1.2	ГОСТ 12026—76	4.2
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2	ГОСТ 13341—77	1.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 14919—83	2.2
ГОСТ 4159—79	4.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 4232—74	4.2	ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4233—77	3.2	ГОСТ 25794.1—83	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 26313—84	1.1
ГОСТ 6552—80	4.2	ГОСТ 26671—85	1.1
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 28498—90	2.2, 4.2
ГОСТ 10163—76	3.2, 4.2		

6. **ИЗДАНИЕ (апрель 2010 г.) с Поправкой (ИУС 11—95)**

gost.e-ecolog.ru