ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения массовой концентрации летучих 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 24 октября 2000 г. № 273-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 14 «Содержание летучих кислот» в части пунктов 1, 2, 3, 4, 5 и 6

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Метод определения массовой концентрации летучих кислот

The alcohol production and raw material for it producing.
Method of volatile acids determination

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию и сырье для ее производства: вина, виноматериалы, спиртные напитки, винные, плодовые дистилляты, коньяки, кальвадосы и соки для промышленной переработки (далее — продукт) и устанавливает метод определения массовой концентрации летучих кислот.

Метод основан на титровании щелочью летучих кислот, выделенных из продукта путем перегонки с водяным паром.

(Поправка).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного 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 стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

летучие кислоты: Кислоты, относящиеся к уксуснокислому ряду, которые содержатся в продукте в свободном состоянии или в виде солей, грамм на кубический дециметр (грамм на литр).

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Перегонный аппарат (рисунок 1), состоящий из конической колбы *1* вместимостью 1000 или 750 см^3, которая служит парообразователем, специального сосуда для продукта *2*, погруженного в колбу, шарикового холодильника *4*. Пар из колбы парообразователя попадает в специальный сосуд через трубку и, перемешивая продукт, увлекает в холодильник летучие кислоты. Для приема дистиллята служит коническая колба *5* вместимостью 250 см^3. В резиновой пробке колбы *1* имеется два отверстия. В одно вставлена трубка специального сосуда, соединенная при помощи изогнутой стеклянной трубки с холодильником, а во второе — изогнутая трубка *3*, на которую надет резиновый шланг с зажимом, отводящая избыток пара из парообразователя.

Для определения летучих кислот можно использовать перегонные аппараты других конструкций, которые должны отвечать следующим требованиям:

а) из пара, поступающего из парообразователя, должна быть удалена двуокись углерода с таким расчетом, чтобы при добавлении 0,1 см^3 раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 к 250 см^3 водного дистиллята в присутствии двух капель раствора фенолфталеина появлялась розовая окраска, не исчезающая 10 с;

б) при перегонке раствора уксусной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, помещенного в сосуд для продукта, в дистилляте должно быть обнаружено не менее 99,5 % ее исходного количества.

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.

Термометр типа 1-А2 или 2-А2 или 1-Б2 или 2-Б2 по [1].

Секундомер по [2].

Колбы конические по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 250, 750 и 1000 см^3.

Колбы с тубусом по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 250 или 500 см^3.

Холодильники по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос Комовского.

Капельницы по ГОСТ 25336.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 1, 2 и 25 см^3.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 2, 10 и 20 см^3.

Зажим Гофмана или Мора для предохранительной трубки.

Пемза или капилляры стеклянные, запаянные с одного конца.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы c(NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм^3 или 0,05 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2 или из стандарт-титра; раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 готовят из раствора молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Фенолфталеин по [3].

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Йод раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,01 моль/дм^3 готовят ежедневно из раствора молярной концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм^3. Раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ J_2) = = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2 или из стандарт-титра, х. ч.

Крахмал по ГОСТ 10163.

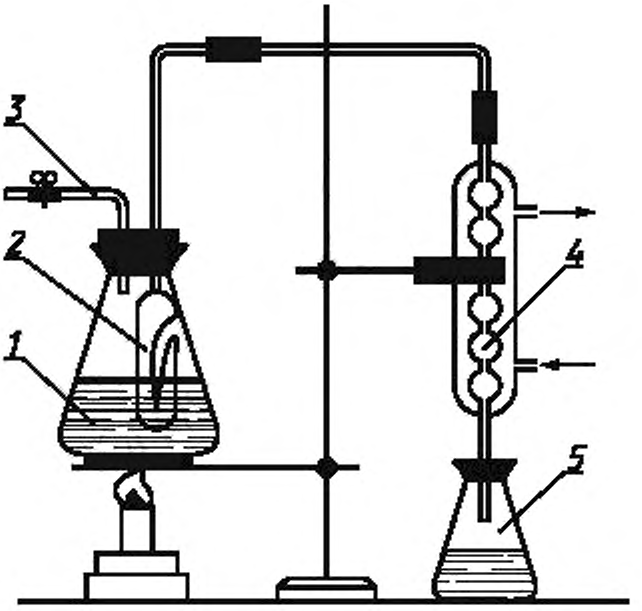
Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199, насыщенный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817, х. ч.

Кислота уксусная, раствор молярной концентрации c (CH_3COOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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



1 —коническая колба; *2* — специальный сосуд; *3* — изогнутая трубка; *4* — шариковый холодильник; *5* — коническая колба

Рисунок 1 — Перегонный аппарат

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0, ГОСТ Р 51144.

6 Подготовка к определению

6.1 Растворы фенолфталеина и крахмала готовят по ГОСТ 4919.1.

6.2 Продукт с повышенным содержанием двуокиси углерода предварительно освобождают от двуокиси углерода.

Перед проведением определения 50 см^3 продукта помещают в вакуумную колбу, встряхивают 1—2 мин и одновременно создают вакуум с помощью насоса до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности продукта.

7 Проведение определения

7.1 В специальный сосуд перегонного аппарата отмеряют 10 см^3 продукта (для винных и плодовых дистиллятов, коньяков, кальвадосов — 20 см^3) и добавляют (кроме винных и плодовых дистиллятов) кристалл винной кислоты (около 0,25 г). В коническую колбу (парообразователь) наливают свежевскипяченную охлажденную дистиллированную воду в таком количестве, чтобы ее уровень был выше уровня исследуемого продукта в специальном сосуде и ниже отверстия трубки. Для обеспечения равномерного кипения воды в парообразователь добавляют несколько кусочков пемзы или капилляры, запаянные с одного конца.

(Поправка).

7.2 Колбу с водой начинают подогревать. До начала кипения открывают зажим пароотводящей трубки. Затем закрывают зажим и ведут перегонку до тех пор, пока в приемной конической колбе с нанесенной меткой 100 см^3 наберется 100 см^3 дистиллята, полученного из исследуемого продукта.

7.3 Полученный дистиллят нагревают до 60 °С — 70 °С, добавляют две капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (для винных и плодовых дистиллятов — молярной концентрации 0,05 моль/дм³) до появления розовой окраски, не исчезающей 30 с.

7.4 При определении массовой концентрации летучих кислот учитывают массовую концентрацию свободной и связанной сернистой кислоты.

Если продукт содержит более 50 мг/дм³ сернистой кислоты, а массовая концентрация летучих кислот находится на пределе допускаемой кондиции или выше ее, то в результат определения вносят поправку на перешедшую в дистиллят сернистую кислоту, свободную и связанную с альдегидами. Сернистую кислоту определяют в дистилляте йодометрическим методом. Для определения свободной сернистой кислоты к дистилляту, оттитрованному раствором гидроокиси натрия или калия, добавляют каплю соляной кислоты, 2 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода молярной концентрации 0,01 моль/дм³ до появления голубой окраски, не исчезающей 15 с. Для определения связанной сернистой кислоты разрушают альдегид — сернистое соединение, добавляя в эту же колбу 20 см³ раствора буры. Если в течение 5 мин окраска от йода исчезает, то вносят 2—3 капли соляной кислоты и дистиллят вновь титруют раствором йода молярной концентрации 0,01 моль/дм³ до повторного появления голубой окраски.

7.5 При определении массовой концентрации летучих кислот в продукте учитывают в нем массовую концентрацию сорбиновой кислоты при ее наличии.

Сорбиновая кислота перегоняется с водяным паром на 96 % при объеме дистиллята 250 см³, ее кислотность вычитается из массовой концентрации летучих кислот, причем 100 мг сорбиновой кислоты соответствуют 0,89 миллиэквивалента или 0,053 г уксусной кислоты. Содержание сорбиновой кислоты в продукте в миллиграммах на кубический дециметр (миллиграммах на литр) заранее известно.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую концентрацию летучих кислот X, г/дм³ (г/л), в продукте без внесения поправки на сернистую кислоту вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}006\ V\ 1000}{10}, \qquad (1)$$

где 0,006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование дистиллята, см³;

1000 — коэффициент пересчета результатов определения на 1 дм³;

10 — объем продукта, взятый для определения, см³.

8.2 Массовую концентрацию летучих кислот X_1, г/дм³ (г/л), в продукте с внесением поправки на сернистую кислоту вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}006\ [V - (V_1 + V_2 \diagup 2)\ 0{,}1]\ 1000}{10}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование свободной сернистой кислоты, см³;

V_2 — объем раствора йода, израсходованный на титрование связанной сернистой кислоты, см³;

2 — коэффициент для перевода связанной сернистой кислоты из двухосновной в одноосновную;

0,1 — коэффициент пересчета раствора йода массовой концентрации 0,01 моль/дм³ на раствор массовой концентрации 0,1 моль/дм³;

10 — объем продукта, взятый для определения, см³.

8.3 Вычисления проводят до третьего десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

8.4 Массовую концентрацию летучих кислот X_2, мг/100 см³ безводного спирта (мг/100 мл), в винных и плодовых дистиллятах, коньяках, кальвадосах без внесения поправки на сернистую кислоту вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{3\,V\,100 \cdot 100}{20C}, \qquad (3)$$

где 3 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,05 моль/дм³, мг;

V — объем раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованное на титрование дистиллята, см³;

100 — коэффициент пересчета результатов определения на 100 см³ безводного спирта;

20 — объем винного или плодового дистиллята, взятый для определения, см³;

C — объемная доля этилового спирта винного или плодового дистиллята, %.

(Поправка).

8.5 Вычисления проводят до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого числа.

9 Метрологические характеристики

9.1 Сходимость

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

для винных и плодовых дистиллятов, коньяков, кальвадосов — 3 мг/100 см³ безводного спирта (мг/100 мл безводного спирта);

для остальных продуктов (раздел 1) — 0,04 г/дм³ (г/л).

9.2 Воспроизводимость

Разность результатов двух отдельных 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 винных и плодовых дистиллятов, коньяков, кальвадосов — 5 мг/100 см³ безводного спирта (мг/100 мл безводного спирта);

для остальных продуктов (раздел 1) — 0,08 г/дм³ (г/л).

9.1, 9.2 **(Поправка).**

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 25-2021-003—88 Термометры ртутные стеклянные лабораторные

[2] ТУ 25-18190021—90, ТУ 25-1894003—90 Секундомеры механические

[3] ТУ 6-09-5360—87 Фенолфталеин

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, летучие кислоты, проведение определения, обработка результатов, метрологические характеристики

к ГОСТ Р 51654—2000 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Метод определения массовой концентрации летучих кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Первый абзац	плодовые дистилляты и соки	плодовые дистилляты, коньяки, кальвадосы и соки
Пункт 7.1	плодовых дистиллятов	плодовых дистиллятов, коньяков, кальвадосов
Пункт 8.4	плодовых дистиллятах	плодовых дистиллятах, коньяках, кальвадосах
Пункты 9.1, 9.2	плодовых дистиллятов	плодовых дистиллятов, коньяков, кальвадосов

(ИУС № 5 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru