РСФСР

Министерство
здравоохранения

23. I2. I977 г.

№ 08 с/Б-3- 2686

Главным государственным санитарным врачам АССР, краев, областей, гг.Москвы, Ленинграда, бассейновым СЭС, РеспСЭС

Главное санитарно-эпидемиологическое управление направляет уточненные методические указания по определению щавелевой кислоты в плодово-ягодных соках и винах.

Р.И.ХАЛИТОВ

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЫ В ПЛОДОВО-ЯГОДНЫХ СОКАХ И ВИНАХ

Москва 1977 г.

" УТВЕРЖДАЮ "
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И. Заиченко
" 15 " декабря 1977 г.
N 1808-77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЫ В ПЛОДОВО-ЯГОДНЫХ СОКАХ И ВИНАХ

Метод разработан в Институте питания АМН СССР Скурихиным И.М., Линке О.Э. и рекомендован для использования в санитарно-эпидемиологических станциях, на предприятиях пищевой промышленности и в научно-исследовательских организациях.

Предлагаемый метод позволяет проводить определение щавелевой кислоты в плодово-ягодных соках и винах в присутствии винной и лимонной кислот.

РЕАКТИВЫ

I. Реактив для осаждения щавелевой кислоты состоит из двух растворов: а) 25 г безводного хлористого кальция помещают в мерную колбу на 500 мл и растворяют в небольшом количестве воды (50-60мл) и доливают до метки 50%-ной уксусной кислотой;

б) 330 г кристаллического уксуснокислого натрия ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) растворяют в 300 мл воды; оба раствора смешивают и оставляют на двое суток при температуре 3-7° и затем фильтруют;

2. Борная кислота;
3. 0,1 н раствор перманганата калия;
4. 1 %-ый раствор азотнокислого серебра;
5. 1 н раствор щавелевой кислоты;
6. 10 %-ый раствор аммиака.

АППАРАТУРА.

1. Водяная баня;
2. Электроплитка;
3. Бюретка на 5 мл;
4. Мерная колба на 500 мл;
5. Колба коническая на 250 мл;
6. Химические стаканы на 100 мл;
7. Пипетки на 5 и 50 мл;
8. Химические воронки диаметром 8-10 см;
9. Фильтры бумажные типа "синяя лента";
10. Бумага универсальная индикаторная.

ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

Отбирают 70-100 мл сока или вина и тщательно фильтруют через плотный фильтр (типа "синяя лента") до полной прозрачности. Слабоокрашенные соки и вина после фильтрации непосредственно используют для анализа. В случае анализа труднофильтруемых соков их разбавляют дистиллированной водой в 5 раз, что учитывается в дальнейших расчетах.

Темноокрашенные соки и вина (из вишни, черники, ежевики) после фильтрации разбавляют в 2-5 раз, что учитывается в дальнейших расчетах до получения слабо-розовой окраски.

Сульфитированные соки и вина при содержании общей сернистой кислоты выше 30 мг/л, после фильтрации десульфитируют путем упаривания на водяной бане до половины объема с последующим доведением до исходного объема дистиллированной водой. Если при этом образцы помутнеют, то их подвергают повторной фильтрации.

Для определения необходимости разбавления или упаривания проводят контрольное определение с добавкой известного количества щавелевой кислоты /например, к 50 мл исходного образца добавляют I-5 мл I н раствора щавелевой кислоты в зависимости от предполагаемого разбавления/ по прописи, описанной ниже в разделе "Ход анализа".

Если добавка определяется с ошибкой более ± I0% относительных, то это говорит о необходимости разбавления или упаривания.

Правильность проведения разбавления /при анализе окрашенных образцов/ или упаривания /при анализе сульфитированных образцов/ определяется опытами с добавкой известного количества щавелевой кислоты.

ХОД АНАЛИЗА

Для осаждения щавелевой кислоты в колбу на 250 мл берут 50мл сока или вина, подготовленных как указано выше, прибавляют до слабо-щелочной реакции /pH 8 по индикаторной бумаге/ аммиак и I-2г борной кислоты /последнюю добавляют для затруднения осаждения солей лимонной, а также винной кислоты/ и взбалтывают до полного ее растворения. Затем добавляют I0 мл реактива для осаждения щавелевой кислоты и оставляют на 48 часов при температуре 3-7° или на ночь /не менее I6 часов/ при 0°. Выпавший осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают на бумажном фильтре и промывают горячей /70-90°С/ водой до отрицательной реакции на хлор /отсутствие осадка от прибавления нескольких капель I%-ного раствора азотнокислого серебра/.

Промытый осадок щавелевокислого кальция осторожно смывают водой с фильтра из промывалки в колбу и затем промывают фильтр I0-I5 мл горячей /70-90°/ I0 %ной серной кислотой в эту же колбу, чтобы растворить следы оксалата, оставшейся на фильтре. Осадок в промывной колбе растворяют при легком перемешивании. При затруднении растворения осадка колбу нагревают. Затем фильтр дополнительно про-

мывают 20-30 мл горячей воды и полученный фильтрат титруют 0,I н раствором перманганата до появления розовой окраски. Зная, сколько мл перманганата идет на титрование взятой пробы и зная титр перманганата по щавелевой кислоте, узнают количество кислоты в г.

РАСЧЕТ

Содержание щавелевой кислоты в г/л безводной кислоты (х) находят по формуле:

$$X = a \cdot 0{,}0045 \cdot 20$$

где: а - количество мл 0,I н раствора перманганата, пошедшее на титрование;

20 - пересчет исходного объема образца на л;

0,0045 - количество кислоты (в г), соответствующее I мл точно 0,I н раствора $KMnO_4$.

Примечание: в случае разбавления сока или вина результаты умножают на соответствующий коэффициент разбавления.

Точность метода ± I0 % относительных.

Минимально определяемая концентрация - I0 мг/л

Зак.1613к Тир.120
КМПУ Тип. Минздрава РСФСР

gost.e-ecolog.ru