МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 2448—
2013**

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания этанола

(ISO 2448:1998, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) (ТК 093)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 августа 2013 г. № 58-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстан
Россия	RU	Росстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1623-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2448—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2448:1998 Fruit and vegetable products — Determination of ethanol content (Продукты переработки фруктов и овощей. Определение содержания этанола).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO TC 34/SC 3 «Плодоовощные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт).

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 25555.2—91

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Приготовление анализируемой пробы 2
8 Проведение анализа 2
9 Обработка результатов 4
10 Повторяемость 4
11 Протокол результатов определений 4
Приложение А (обязательное) Процедура проведения анализа, модифицированная для продуктов, содержащих эфирные масла 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания этанола

Fruit and vegetable products. Determination of ethanol content

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает химический метод определения этанола в продуктах переработки фруктов и овощей.

Метод не применим для продуктов с массовой долей этанола более 5 %.

Продукты, содержащие эфирные масла, необходимо удалить в соответствии с методикой по приложению А.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **содержание этанола:** Содержание этилового спирта, определяемого методом, изложенным в настоящем стандарте, выражаемое массовой долей в процентах — для густых продуктов, или в граммах на 100 $см^3$ — для жидких продуктов.

3 Сущность метода

Выделение этанола дистилляцией с последующим окислением его двухромовокислым калием в сернокислой среде. Определение избытка двухромовокислого калия титрованием раствором двойной сернокислой соли железа (II) и аммония в присутствии индикатора сернокислого 1,10-фенантролин — железо (II).

4 Реактивы

Используют реактивы только установленной аналитической чистоты, если нет других указаний, и воду дистиллированную или деминерализованную, или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Кислота серная (H_2SO_4), плотностью ρ_{20} = 1,84 г/$см^3$.

4.2 Кислота серная, раствор плотностью ρ_{20} = 1,49 г/$см^3$, в 1 $дм^3$ раствора содержится 500 $см^3$ серной кислоты по 4.1.

4.3 Кальция гидроокись $Ca(OH)_2$, суспензия, получаемая встряхиванием от 110 до 112 г окиси кальция в 1 $дм^3$ воды.

4.4 Калий двухромовокислый, раствор, содержащий в 1 $дм^3$ 42,572 г $K_2Cr_2O_7$. 1 $см^3$ этого раствора соответствует 0,01 г этанола.

4.5 Калий марганцовокислый, раствор, содержащий в 1 $дм^3$ 1,372 г $KMnO_4$. 10 $см^3$ этого раствора соответствует 1 $см^3$ раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной, по 4.6.

4.6 Соль железа (II) и аммония, двойная сернокислая, 6-водная, $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]\cdot 6H_2O$, раствор.

Растворяют в воде 170,2 г двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной. Добавляют 20 $см^3$ серной кислоты по 4.1 и доводят водой до 1 $дм^3$.

2 $см^3$ этого раствора эквивалентно 1 $см^3$ раствора двухромовокислого калия по 4.4.

Стабилизируют раствор добавлением алюминиевых стружек.

Издание официальное

4.7 1,10-фенантролин-железо (II) сернокислое, раствор. Растворяют в 100 см^3 воды 0,695 г сернокислого 7-водного железа (II) ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), добавляют 1,485 г сернокислого 1,10-фенантролина ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2SO_4$) и подогревают для ускорения растворения.

Раствор устойчив при хранении.

5 Аппаратура

При проведении анализа используют общеупотребительную лабораторную аппаратуру, в частности перечисленную ниже.

5.1 Установка дистилляционная, состоящая из колбы вместимостью 500 см^3, соединенной с фракционной колонкой и холодильником, конец которого сужен и удлинен настолько, чтобы доставал до дна мерной колбы вместимостью 100 см^3.

Может быть использована любая другая дистилляционная установка, отвечающая следующим требованиям.

Потери этилового спирта при дистилляции не должны превышать 0,02 %, т. е. положительным считают результат, когда после последней из пяти отгонок 200 см^3 смеси этанол-вода объемной долей 10 %, сохранено не менее 9,9 % этанола.

5.2 Нагревательный прибор, обеспечивающий дистилляцию, не сопровождающуюся каким-либо разложением пробы для анализа, содержащейся в колбе.

5.3 Колбы мерные вместимостью 100 см^3.

5.4 Пипетки вместимостью 5, 10 и 20 см^3.

5.5 Бюретки с краном вместимостью 50 см^3.

5.6 Колбы широкогорлые, вместимостью 250 см^3, с притертыми стеклянными пробками. Пробки должны быть чистыми, сухими, без следов смазки и воздухонепроницаемыми. Абсолютная герметичность может быть достигнута при помощи политетрафторэтиленовой муфты.

5.7 Блендер лабораторный.

5.8 Весы с точностью взвешивания до 0,01 г.

6 Отбор проб

Необходимо, чтобы проба, поступающая в лабораторию, была представительной и не подверглась порче при транспортировании и хранении.

Отбор проб не является частью метода, описанного в настоящем стандарте. В связи с этим заинтересованным сторонам рекомендуется самим приходить к соглашению по этому вопросу.

7 Приготовление анализируемой пробы

7.1 Твердые или густые продукты (пюре, мармелад или джем, фрукты, овощи)

Механически перемешивают всю пробу для анализа. При этом следует соблюдать осторожность, чтобы не повышалась температура продукта. Пробу берут в достаточном количестве для выполнения двух параллельных определений.

7.2 Жидкие продукты (соки, пульпы и сиропы)

Тщательно перемешивают пробу. Пробу берут в достаточном количестве для выполнения двух параллельных определений.

8 Проведение анализа

Примечание — Если необходимо проверить выполнение требований повторяемости (раздел 10), проводят два определения в соответствии с 8.2.1—8.2.3.

8.1 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 0,01 г такую массу или отбирают такой объем подготовленной пробы, чтобы количество этанола, определяемое в 100 см^3 дистиллята, было менее 1 г.

8.2 Определение

8.2.1 Дистилляция

Разбавляют пробу для анализа, добавляя 50 см^3 воды, и переносят количественно в колбу дистилляционной установки (см. 5.1). Сосуд, используемый для переноса пробы для анализа, промывают небольшим количеством воды, сливая промывные воды в ту же колбу.

Слегка подщелачивают продукт [до pH (8,0 ± 0,2)] суспензией гидроокиси кальция, взболтав ее перед использованием.

Добавляют стеклянные шарики или кусочки фарфора для регулирования интенсивности кипения. Вносят 10 см^3 воды в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 5.3) и присоединяют к дистилляционной установке так, чтобы конец холодильника установки был опущен в воду.

Осуществляют дистилляцию разбавленной предварительно подщелоченной пробы для анализа таким образом, чтобы дистиллят, попадая в мерную колбу, имел достаточно низкую температуру (от 15 °С до 20 °С).

Собирают примерно от 80 до 85 см^3 дистиллята. Прекращают дистилляцию и ополаскивают конец холодильника несколькими кубическими сантиметрами воды.

Встряхивают содержимое мерной колбы для перемешивания. Если необходимо, погружают колбу в холодную воду (от 15 °С до 20 °С) на несколько минут.

Содержимое мерной колбы доводят до метки водой и перемешивают.

8.2.2 Окисление

В колбу с притертой стеклянной пробкой вместимостью 250 см^3 (см. 5.6) вносят 20 см^3 (V_1) точно отмеренного раствора двухромовокислого калия (см. 4.4), 20 см^3 разбавленной серной кислоты (см. 4.2) и встряхивают.

Добавляют 10 см^3 (V_0) точно отмеренного раствора, полученного по 8.2.1. Закрывают колбу шлифованной пробкой, предварительно смочив ее каплей серной кислоты (см. 4.1). Встряхивают колбу и выдерживают не менее 30 мин, периодически встряхивая.

Получающаяся в результате смесь не должна приобретать зеленую окраску катионов хрома, что означало бы слишком высокое содержание этанола в пробе для анализа. В таком случае рекомендуется повторить окисление, взяв меньшее количество дистиллята (например, 5 см^3). Если необходимо, повторяют и дистилляцию, и окисление заново, взяв меньшее количество пробы для анализа. Все изменения такого рода следует учитывать при обработке результатов.

Если проба для анализа содержит слишком мало этанола, следует использовать меньшие объемы раствора двухромовокислого калия (см. 4.4), например 10 или 5 см^3, добавив, соответственно, 10 или 15 см^3 дистиллированной воды. Все изменения следует учитывать при обработке результатов.

8.2.3 Титрование

Титруют избыток двухромовокислого калия, используя раствор двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6). Избыток двухромовокислого калия должен составлять не менее 20 % количества, израсходованного на холостой анализ. После каждого добавления титранта колбу встряхивают.

После изменения окраски в процессе титрования на зеленовато-голубую добавляют четыре капли раствора сернокислого 1,10-фенантролин-железа (II) (см. 4.7). Может быть использован другой подходящий индикатор по усмотрению оператора (см. примечание). Продолжают добавлять раствор двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), пока окраска раствора не изменится с зеленовато-голубой на коричневую. Если этот момент пропущен, следует вернуться к началу, добавив раствор перманганата калия (см. 4.5).

Вычитают из объема раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованного на титрование, одну десятую объема добавленного раствора перманганата калия. Принимают V_2 за объем, остающийся после вычитания, который представляет точный объем раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), эквивалентный избытку двухромовокислого калия.

Примечание — Титрование избытка двухромовокислого калия раствором двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6) может быть также выполнено в присутствии смеси:

- 1 см^3 ортофосфорной кислоты (85 %), ρ_{20} = 1,71 г/см^3;
- 1 см^3 раствора, содержащего 0,5 г дифениламинсульфоната бария в 100 см^3.

Выполняют два определения на одной и той же подготовленной пробе.

8.2.4 Холостое определение

Выполняют холостое определение по 8.2.2 и 8.2.3, соблюдая те же условия, что и при титровании дистиллята пробы, заменив дистиллят (V_0) таким же объемом дистиллированной воды. Тогда V_3 будет объемом раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованным на титрование в холостом определении.

9 Обработка результатов

9.1 Густые или твердые продукты

Массовую долю этанола X, %, вычисляют по формуле

$$X = 0{,}01 V_1 \cdot \frac{V_3 - V_2}{V_3} \cdot \frac{100}{V_0} \cdot \frac{100}{m}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на окисление, см^3;

V_3 — объем раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованный на титрование в холостом определении, см^3;

V_2 — объем раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованный на обратное титрование двухромовокислого калия, см^3;

V_0 — объем дистиллята, взятого на титрование, см^3;

m — масса пробы для анализа, г;

0,01 — коэффициент пересчета израсходованного объема двухромовокислого калия на этиловый спирт (см. 4.4);

100 — объем дистиллята, доведенный в мерной колбе до 100 см^3 (по 8.2.1);

100 — коэффициент для пересчета содержания этанола на 100 г продукта, т. е. для получения массовой доли этанола в процентах.

9.2 Жидкие продукты

Содержание этанола C, г/100 см^3 продукта, вычисляют по формуле

$$C = 0{,}01 V_1 \cdot \frac{V_3 - V_2}{V_3} \cdot \frac{100}{V_0} \cdot \frac{100}{V_4}, \quad (2)$$

где V_0, V_1, V_2 и V_3 — значения по 9.1, см^3;

V_4 — объем пробы для анализа, см^3.

10 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными одним методом на идентичном объекте определений в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать 1 % среднеарифметического значения двух результатов не более чем в 5 % случаев.

11 Протокол результатов определений

Протокол результатов определений должен содержать следующие сведения:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора пробы (если он известен);
- использованный метод анализа вместе со ссылкой на настоящий стандарт;
- все операции, не оговоренные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, наряду с любыми нюансами, которые могли повлиять на результат определения;
- полученные результаты определения;
- если была определена повторяемость, то окончательную оценку полученных результатов.

Приложение А
(обязательное)

Процедура проведения анализа, модифицированная для продуктов, содержащих эфирные масла

В присутствии эфирных масел дистиллят получается мутным из-за капель эфирных масел на поверхности. В таком случае процедуру анализа модифицируют следующим способом.

Дистиллят собирают в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и выдерживают в течение 2 ч. Объем водной фазы в колбе доводят до метки водой, при этом граница раздела двух фаз (эфирное масло и вода) оказывается на уровне отметки объема колбы.

Выдерживают еще от 1 до 2 ч. Удаляют небольшое количество эфирных масел, собравшихся на поверхности раствора, отсасыванием тонкой пипеткой либо фильтрацией через бумагу в закрытой воронке.

Переносят еще мутный фильтрат в колбу вместимостью 150 $см^3$ и добавляют полистироловые гранулы (размер гранул от 1 до 2 мм). Встряхивают закрытую колбу в течение 15 мин, затем фильтруют через марлю в закрытой воронке. После этого жидкость должна стать прозрачной и утратить свой запах почти полностью.

Полученную жидкость подвергают анализу.

УДК 664.841:664.851:543.06:006.354 МКС 67.080.01 Н59 IDT

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, содержание этанола, метод определения

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепковой*

Сдано в набор 04.08.2014. Подписано в печать 13.08.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 85 экз. Зак. 3106.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru