МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32001—
2012**

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения массовой концентрации летучих кислот

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 пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБиВП Россельхозакадемии), Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхозпрода России и Рабочей группой, образованной в рамках программы TACIS

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 091)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-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	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. № 250-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32001—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51654—2000

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Поправка к ГОСТ 32001—2012 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Метод определения массовой концентрации летучих кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 10 2015 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ 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 — 2014—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.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные 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—2001 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 31730—2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

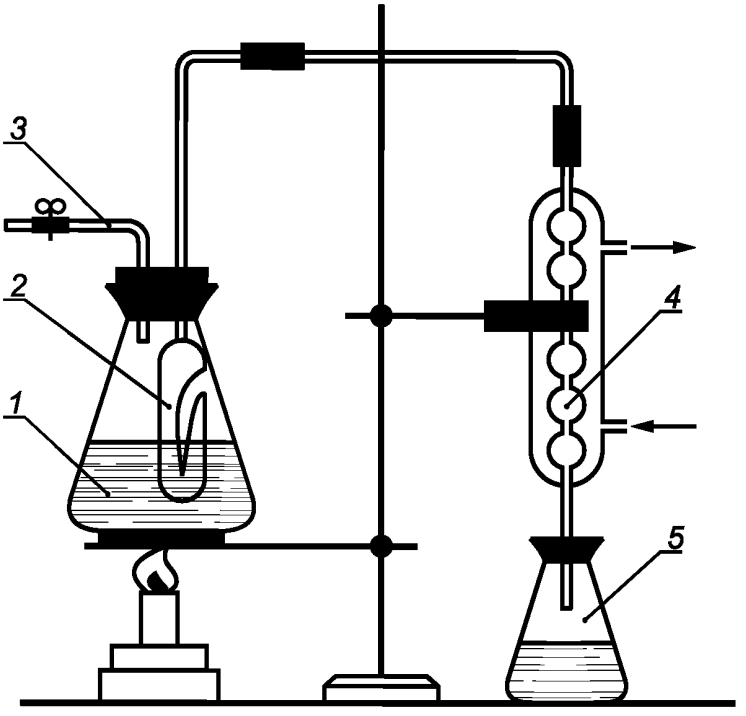
3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен 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* имеются 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.



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

Рисунок 1 — Перегонный аппарат

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.

Секундомер.

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.

Спирт этиловый ректификованный.

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.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0, ГОСТ 31730.

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.

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/дм^3 (для винных и плодовых дистиллятов — молярной концентрации 0,05 моль/дм^3) 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/дм^3 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 см^3 раствора крахмала и титруют раствором йода молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 до появления голубой окраски, не исчезающей 15 с. Для определения связанной сернистой кислоты разрушают альдегид — сернистое соединение, добавляя в эту же колбу 20 см^3 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/дм^3 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 см^3, 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/дм^3, в продукте без внесения поправки на сернистую кислоту вычисляют по формуле

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

где 0,006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г;

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

1000 — коэффициент пересчета результатов определения на 1 дм^3;

10 — объем продукта, взятый для определения, см^3.

8.2 Массовую концентрацию летучих кислот X_1, г/дм^3, в продукте с внесением поправки на сернистую кислоту вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование свободной сернистой кислоты, см^3;

V_2 — объем раствора йода, израсходованный на титрование связанной сернистой кислоты, см^3;

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

0,1 — коэффициент пересчета раствора йода массовой концентрации 0,01 моль/дм^3 на раствор массовой концентрации 0,1 моль/дм^3;

10 — объем продукта, взятый для определения, см^3.

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 см^3 безводного спирта, в винных и плодовых дистиллятах, коньяках, кальвадосах без внесения поправки на сернистую кислоту вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{3V100 \cdot 100}{20C}, \quad (3)$$

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

V — объем раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, израсходованное на титрование дистиллята, см^3;

100 — коэффициент пересчета результатов определения на 100 см^3 безводного спирта;

20 — объем винного или плодового дистиллята, взятый для определения, см^3;

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

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 см^3 безводного спирта;
- для остальных продуктов (раздел 1) — 0,04 г/дм^3.

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 см^3 безводного спирта;
- для остальных продуктов (раздел 1) — 0,08 г/дм^3.

УДК 663.5:542.08:006.354 МКС 67.080.10

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

Редактор *В.Н. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 11.03.2014. Подписано в печать 19.03.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 113 экз. Зак. 455.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru