УДК 663.2/.3.001.4

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ

СТ СЭВ 4880—84

ВИНА
Колориметрический метод определения общего содержания железа

Группа Н79

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на редукции йонов трехвалентного железа до двухвалентного в кислой среде и образовании комплексного соединения йонов последнего с ортофенантролином. Цветной комплекс определяют колориметрически.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

2.1. При проведении испытаний следует соблюдать требования СТ СЭВ 804—77.

2.2. Для проведения испытания, если нет других указаний, применяют реактивы квалификации «химически чистый» (х. ч.) или «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дважды дистиллированную воду, полученную в стеклянном дистилляторе.

3. АППАРАТУРА

Для проведения испытания применяют:

1) фотоколориметр (λ_{max} $=490\pm10$ nm) со стеклянной кюветой с толщиной поглощающего свет слоя 20 nm или спектрофотометр со стеклянной кюветой с толщиной поглощающего свет слоя 10 mm ($\lambda=508$ nm);

2) колбы мерные вместимостью 50 и 1000 cm^3;

3) пипетки вместимостью 1; 2; 5; 10 и 20 cm^3;

4) воронки стеклянные;

5) тигли или чашки из прозрачного кварцевого стекла вместимостью 100, 150 и 200 cm^3 или чашки платиновые указанной вместимости;

6) фильтры бумажные беззольные;

7) фильтры шот G 4.

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Варшава, декабрь 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

4. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Для проведения испытания применяют:

1) кислоту соляную (HCl, $\rho_{20}=1{,}19$ kg/dm^3);

2) кислоту серную (H_2SO_4) раствор с объемной долей 20 %;

3) кислоту азотную (HNO_3, $\rho_{20}=1{,}40$ kg/dm^3);

4) гидроксиламин солянокислый ($NH_2OH{\cdot}HCl$), раствор готовят следующим образом: 10,00 g солянокислого гидроксиламина растворяют в 300—400 cm^3 воды, добавляют 170 cm^3 соляной кислоты и объем доводят дистиллированной водой до 1000 cm^3 (раствор I);

5) ортофенантролин, раствор с объемной долей 1 %;

6) аммоний уксуснокислый, раствор с объемной долей 18 %;

7) двойную сернокислую соль закиси железа и аммония (соль Мора); $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]{\cdot}6H_2O$;

8) основной раствор железа, готовят одним из следующих методов:

а) 7,0180 g соли Мора растворяют в 100—200 cm^3 дистиллированной воды, добавляют 25 cm^3 20 %-ного раствора серной кислоты и объем доводят дистиллированной водой до 1000 cm^3;

б) 1,0000 g порошка железа растворяют в 100 cm^3 соляной кислоты и 1 cm^3 азотной кислоты, нагревают на водяной бане до полного растворения и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1000 cm^3.

1 cm^3 каждого из этих растворов содержит 1 mg железа.

5. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

5.1. Для построения градуировочного графика приготовляют рабочий раствор железа, для чего из основного раствора вносят 10 cm^3 в мерную колбу на 1000 cm^3 и доводят дважды дистиллированной водой до метки. Затем 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0 и 10 cm^3 этого раствора вносят в мерные колбы вместимостью 100 cm^3 и доводят водой до метки. Эти растворы сравнения содержат 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8 и 1,0 mg/dm^3 железа. В каждую колбу добавляют 10 cm^3 раствора I и 1 cm^3 раствора II, оставляют на 15 min, вносят по 10 cm^3 раствора III и объем содержимого колб доводят водой до метки. Оставляют колбы на 10 min.

5.2. В качестве контрольного раствора применяют раствор, приготовленный одновременно с растворами сравнения из смеси 10 cm^3 раствора I, 1 cm^3 раствора II и 10 cm^3 раствора III в мерной колбе вместимостью 50 cm^3, объем которой доводят до метки дистиллированной водой.

5.3. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют на фотоколориметре или спектрофотометре и строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание железа в миллиграммах на кубический дециметр, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Перед проведением анализа вино фильтруют.

6.2. Красные вина подвергают минерализации кислотным способом по п. 1.4.3 СТ СЭВ (20.020.01/1—82) или сухим способом.

Для сухого озоления в платиновую или кварцевую чашку или тигель отмеривают 10 cm^3 вина, выпаривают досуха на водяной бане, затем озоляют на пламени горелки или на электрической плитке и помещают чашку в муфельную печь при температуре 500 °С. Если остаются обуглившиеся частицы, трудно поддающиеся минерализации, то чашку охлаждают, золу смачивают несколькими каплями воды, подсушивают на водяной бане и вновь подвергают сжиганию. В белых винах содержание железа можно определить сразу или после минерализации.

6.3. Для определения содержания железа без минерализации в мерную колбу вместимостью 50 cm^3 отмеривают 10 cm^3 белого вина, 10 cm^3 раствора I, 1 cm^3 раствора II, оставляют на 15 min, добавляют 10 cm^3 раствора III и объем доводят водой до метки. Колбы оставляют на 10 min. Испытуемый раствор колориметрируют по отношению к контрольному раствору в тех же кюветах и при том же светофильтре, которые применяли для построения градуировочного графика.

Для приготовления контрольного раствора в мерную колбу вместимостью 50 cm^3 вносят 10 cm^3 вина, 10 cm^3 раствора I, через 15 min приливают 10 cm^3 раствора III и объем доводят водой до метки.

Контрольный раствор готовят одновременно с испытуемым.

6.4. Для определения железа после минерализации чашку или тигель охлаждают, к золе добавляют 10 cm^3 раствора I и выдерживают на водяной бане 5 min. Полученный раствор переносят с помощью воды в мерную колбу вместимостью 50 cm^3 и добавляют 1 cm^3 раствора II. Одновременно готовят контрольный раствор, для чего в другую мерную колбу вместимостью 50 cm^3 вносят 10 cm^3 раствора I. Через 15 min в обе колбы добавляют по 10 cm^3 раствора III, объемы доводят до меток водой и колориметрируют через 10 min.

Примечание. В зависимости от содержания железа в вине для испытания можно взять 2,5 или 5 $см^3$ вина.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Содержание железа (X) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X = m \cdot \frac{1000}{V},$$

где m — содержание железа в испытуемом растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

V — количество вина, отобранного для анализа, cm^3.

7.2. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 %.

Результаты параллельных определений выражают с точностью до 0,01. Окончательный результат — с точностью до 0,1.

Конец

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация ВНР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области пищевой промышленности.
2. Тема — 20.200.15—82.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 56-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны — члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ	Июль 1986 г.	Июль 1986 г.
ВНР	Июль 1986 г.	Июль 1986 г.
СРВ		
ГДР	Июль 1986 г.	Июль 1986 г.
Республика Куба		
МНР		
ПНР		
СРР	Июль 1986 г.	—
СССР	Июль 1986 г.	
ЧССР	Январь 1987 г.	

5. Срок проверки — 1991 г.

Сдано в наб 11 03 85 Подп. к печ 12 05 85 0,375 усл п л 0,375 усл кр -отт. 0,29 уч -изд. л.
Тираж 860 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 881

gost.e-ecolog.ru