ГОСТ 26811—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕЙ СЕРНИСТОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.6:543.06:006.354 Группа Н49

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли общей сернистой кислоты

ГОСТ 26811—86

Confectionery. Method for determination of mass fraction of total sulphurous acid

МКС 67.180.10
ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 января 1986 г. № 206 дата введения установлена

01.01.87

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 18.12.91 № 1991

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, изготовленные на основе фруктово-ягодного сырья, консервированного сернистым ангидридом, а также кондитерские изделия и полуфабрикаты, изготовленные с добавлением пиросульфита натрия или калия, и устанавливает йодометрический метод определения массовой доли общей сернистой кислоты.

Метод основан на переводе свободного и связанного сернистого ангидрида в натриевую соль сернистой кислоты, которую затем в кислой среде титруют йодометрически.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5904—82.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104—88* или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Мешалка магнитная ММ-3М.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 $см^3$.

Чаша выпарительная по ГОСТ 9147—80, вместимостью 25, 50 $см^3$.

Колбы конические с притертыми пробками по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250, 500 $см^3$.

Колбы мерные исполнения 1 или 2, 2-го класса точности, отливные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 200, 250, 1000 $см^3$.

Цилиндры мерные исполнения 1, 3, отливные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 10, 25, 50, 100 $см^3$.

Пипетки исполнения 2, 2-го класса точности по ГОСТ 29169—91, вместимостью 1, 25, 50 $см^3$.

Бюретки исполнения 1 или 2, 2-го класса точности по ГОСТ 29252—91, вместимостью 5, 10, 25 $см^3$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Воронки лабораторные диаметром 75, 100 мм по ГОСТ 25336—82.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а. или х. ч. *с* (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ (1 н) или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а. или х. ч. *с* (KOH) = 1 моль/$дм^3$ (1 н).

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Сентябрь 2012 г.

© Издательство стандартов, 1986
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. или х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. или х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Йод по ГОСТ 4159—79, ч. д. а. или стандарт-титр (фиксанал) в ампулах концентрации:

c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) или

c ($^1/_2$ J_2) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, ч. д. а, раствор концентрации c ($^1/_6$ $K_2Cr_2O_7$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068—86, ч. д. а. или стандарт-титр (фиксанал) в ампулах концентрации c ($^1/_2$ $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Примечание. Допускается применять импортное оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 или раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 1 моль/дм^3.

40 г гидроокиси натрия или 56 г гидроокиси калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

3.2. Приготовление раствора серной кислоты 1 : 3 по объему

Отмеривают мерным цилиндром нужный объем концентрированной серной кислоты. Отмеривают цилиндром дистиллированную воду, объем которой должен быть в три раза больше объема взятой серной кислоты. Затем осторожно малыми порциями при охлаждении приливают кислоту в воду.

3.3. Приготовление раствора соляной кислоты 1 : 5 по объему

Отмеривают мерным цилиндром нужный объем концентрированной соляной кислоты. Отмеривают цилиндром дистиллированную воду, объем которой в пять раз больше объема взятой соляной кислоты. Затем осторожно приливают кислоту в воду.

3.4. Приготовление раствора двухромовокислого калия концентрации c ($^1/_6$ $K_2Cr_2O_7$) = 0,1 моль/дм^3

4,9033 г двухромовокислого калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

3.5. Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 %

1 г крахмала растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и вливают 70—80 см^3 горячей кипяченой дистиллированной воды. По охлаждении объем раствора доводят до 100 см^3.

3.6. Приготовление раствора серноватистокислого натрия концентрации c ($^1/_2$ $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3

3.6.1. 25 г серноватистокислого натрия растворяют в прокипяченной и охлажденной дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят содержимое колбы прокипяченной охлажденной дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла. Поправочный коэффициент устанавливают через 8—10 сут.

3.6.2. *Определение поправочного коэффициента раствора серноватистокислого натрия концентрации c ($^1/_2$ $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3*

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 вносят 2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты (1 : 5), после чего пипеткой вносят 25 см^3 раствора двухромовокислого калия, осторожно перемешивают жидкость, прикрыв колбу часовым стеклом, через 2 мин приливают 200—250 см^3 дистиллированной воды и оттитровывают раствором серноватистокислого натрия.

Как только жидкость приобретает зеленовато-желтый цвет, приливают около 3 см^3 раствора крахмала и продолжают дотитровывать до исчезновения синей окраски.

Поправочный коэффициент (K_0) вычисляют по формуле

$$K_0 = \frac{25}{V_0},$$

где 25 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см^3;

V_0 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3.

3.7. Приготовление раствора йода

3.7.1. *Приготовление раствора йода концентрации* c ($^1/_2$ J_2) = *0,1 моль/дм*^{3}

40 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г в стакане вместимостью 100 см^3, растворяют в 60 см^3 дистиллированной воды. Затем в стакан с раствором йодистого калия прибавляют 12,7 г йода, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г.

Жидкость перемешивают до полного растворения йода и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, затем объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой. Поправочный коэффициент устанавливают не реже одного раза в 10 сут.

Допускается готовить раствор с 25 г йодистого калия, но при этом поправочный коэффициент определяют не реже одного раза в 2 сут.

Допускается готовить раствор йода, используя стандарт-титр (фиксанал) в ампулах концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм^3.

3.7.2. *Определение поправочного коэффициента для раствора йода*

Поправочный коэффициент для раствора йода концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм^3 устанавливают по раствору серноватистокислого натрия концентрации c ($^1/_2$ $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 вносят пипеткой 25 см^3 раствора йода, прибавляют 25 см^3 дистиллированной воды и титруют раствором серноватистокислого натрия до перехода бурого окрашивания раствора в соломенно-желтое, а затем прибавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания.

Поправочный коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1 \cdot K_1}{V},$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см^3;

K_1 — поправочный коэффициент раствора серноватистокислого натрия;

V — объем раствора йода, взятый для титрования, см^3.

Для установления поправочного коэффициента проводят не менее трех определений.

Поправочный коэффициент вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. Расхождения между коэффициентами не должны превышать 0,001. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднеарифметическое. Это значение коэффициента должно быть равным (1,00 ± 0,03).

3.7.3. *Приготовление раствора йода концентрации* c ($^1/_2$ J_2) = 0,01 моль/дм^3.

10 см^3 раствора йода концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм^3 отмеривают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Разбавленные титрованные растворы применяют свежеприготовленными.

Поправочный коэффициент (K) принимают тот же, что и у раствора йода концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,1 моль/дм^3 по п. 3.7.2.

Допускается готовить раствор йода концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,01 моль/дм^3, используя стандарт-титр (фиксанал) в ампулах концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,01 моль/дм^3.

Поправочный коэффициент в этом случае определяют по п. 3.7.2.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Испытание мучных кондитерских изделий и полуфабрикатов

20 г измельченного исследуемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в фарфоровую чашку или химический стакан и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200—250 $см^3$, доливают в нее дистиллированную воду до половины объема. Колбу закрывают пробкой и оставляют стоять на 10 мин при частом взбалтывании. Затем содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают выстояться до появления прозрачного отстоя в суспензии. Полученный раствор фильтруют в сухую колбу.

В коническую колбу вместимостью 200—250 $см^3$ пипеткой вносят 50 $см^3$ фильтрата и 25 $см^3$ раствора гидроокиси натрия или калия (цилиндром), колбу закрывают пробкой, смесь взбалтывают и оставляют стоять на 15 мин. Затем цилиндром прибавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты (1 : 3), 1 $см^3$ крахмала и сразу же титруют раствором йода концентрации $c\ (^1/_2\ J_2) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ до появления синего окрашивания, неисчезающего при перемешивании.

Контрольный опыт проводят в тех же условиях: в коническую колбу вносят 50 $см^3$ дистиллированной воды, 25 $см^3$ раствора гидроокиси натрия или калия, 10 $см^3$ серной кислоты (1 : 3) и титруют раствором йода в присутствии крахмала.

4.1.1. *Обработка результатов*

Массовую долю общей сернистой кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}32 \cdot 100 \cdot V_2}{m \cdot 1000 \cdot V_3},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование исследуемого раствора, $см^3$.

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на контрольное титрование, $см^3$;

K — поправочный коэффициент раствора йода;

0,32 — количество миллиграмм SO_2, соответствующее 1 $см^3$ раствора йода концентрации $c\ (^1/_2\ J_2) = 0{,}01$ моль/$дм^3$;

V_2 — вместимость мерной колбы, $см^3$;

V_3 — объем фильтрата, взятый для титрования, $см^3$;

m — масса навески изделия, г;

1000 — пересчет граммов в миллиграммы.

4.1.2. Результаты параллельных определений вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. Результат округляют до третьего десятичного знака.

4.1.3. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые относительные расхождения между которыми не должны превышать 10 %.

Предел возможных значений относительной погрешности измерений 15 % ($P = 0{,}95$).

4.2. Испытание мармелада, пастильных изделий, карамели и конфет с фруктово-ягодными корпусами и начинками

5 г измельченного исследуемого продукта взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в фарфоровую чашку или химический стакан, растворяют навеску 50 $см^3$ дистиллированной воды и переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$. Колбу закрывают пробкой, встряхивают или перемешивают на магнитной мешалке в течение 5 мин. Цилиндром прибавляют 25 $см^3$ раствора гидроокиси натрия или калия, закрывают пробкой, взбалтывают и оставляют стоять на 15 мин. Затем цилиндром прибавляют 10 $см^3$ серной кислоты (1 : 3), 1 $см^3$ раствора крахмала и сразу же титруют раствором йода концентрации $c\ (^1/_2\ J_2) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ до появления синего окрашивания, неисчезающего при перемешивании.

Контрольный опыт проводят по п. 4.1.

4.2.1. *Обработка результатов*

Массовую долю общей сернистой кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}32 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование исследуемого раствора, см^3.

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора йода;

0,32 — количество миллиграмм SO_2, соответствующее 1 см^3 раствора йода концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,01 моль/дм^3;

m — масса навески изделия, г;

1000 — пересчет граммов в миллиграммы.

4.2.2. Результаты параллельных определений вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. Результат округляют до третьего десятичного знака.

4.2.3. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые относительные расхождения между которыми не должны превышать 10 %.

Предел возможных значений относительной погрешности измерений 15 % (P = 0,95).

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с реактивами необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в стандартах на конкретные реактивы.

gost.e-ecolog.ru