М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

Метод определения свободной и общей сернистой кислоты

Wines,wine materials and cognac spirits.
Method for determination of free and total sulphurous acid
ОКСТУ 9109

ГОСТ
14351—73*

Взамен
ГОСТ 14351—69

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 июля 1973 г. № 1840 срок действия установлен 01.01.75

Ограничение срока действия снято по Протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на виноградные, плодово-ягодные, шампанские, игристые вина, виноматериалы, коньячные спирты и устанавливает йодометрический метод определения свободной и общей сернистой кислоты.

Метод основан на окислении сернистой кислоты йодом в кислой среде в серную кислоту. Индикатором служит крахмал. Связанная сернистая кислота предварительно разрушается под действием щелочи, а затем подкисленная серной кислотой, переводится в свободное состояние.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4257—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1а. ОТБОР ПРОБ

1а.1. Отбор проб — по ГОСТ 14137—74.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1.1. Для проведения анализа применяют:

весы по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности и 1 кг, 3-го класса точности;

колбы Кн-250 по ГОСТ 25336—82;

пипетки 2—2—1 или 1—2—1; 6—2—10 или 7—2—10; 2—2—50 или 3—2—50;

бюретки 1—2—25—0,1;

колбы 2—250—2 или 1—250—2; 2—1000—2 или 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндры 1—10; 1—25 или 3—25; 1—50 или 3—50; 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770—74;

стаканы В-1—250 или В-1—150, или Н-1—250, или Н-1—150 по ГОСТ 25336—82;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 концентрированную и раствор массовой концентрацией 180 г/дм^3;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор *с* (NaOH) или *с* (KOH) = 4 моль/дм^3, взвешивание проводят с погрешностью не более 0,1 г;

этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты динатриевую соль (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор массовой концентрацией 30 г/дм^3, взвешивание проводят с погрешностью не более 0,1 г;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание с Изменениями № 1,2,3,утвержденными в октябре 1984 г., мае 1986 г.,октябре 1989 г. (ИУС 1—85,8—86,1—90)*

gost.e-ecolog.ru

крахмал по ГОСТ 10163—76, раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77;

йод, раствор c ($1/2J_2$) = 0,02 моль/дм^3, готовят ежедневно из раствора c ($1/2J_2$) = 0,1 моль/дм^3, который готовят из стандарт-титра (фиксанала);

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

формалин технический по ГОСТ 1625—89, раствор массовой концентрацией 10 г/дм^3;

барий сернокислый по ГОСТ 3158—75; суспензию готовят следующим образом: к 20—25 г сернокислого бария добавляют 100 см^3 воды и перемешивают; перед употреблением суспензию взбалтывают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. Определение свободной сернистой кислоты

2.1.1. При анализе белых вин и коньячного спирта из только что открытой бутылки отмеривают пипеткой 50 см^3 вина или виноматериалов в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 3 см^3 раствора серной кислоты, по 1 см^3 растворов трилона Б и крахмала и сразу же титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с.

При анализе коньячного спирта перед титрованием к пробе прибавляют 100 см^3 воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. При анализе красных вин или виноматериалов готовят контрольный раствор, с которым сравнивают окраску анализируемого раствора при титровании. Для этого по 50 см^3 вина или виноматериалов отмеривают пипеткой в две конические колбы и в каждую, помимо растворов, указанных в п. 2.1.1, перед титрованием добавляют цилиндром по 50 см^3 суспензии сернокислого бария. Смесь в одной из колб служит контрольным раствором. Смесь в другой колбе сразу титруют раствором йода, сравнивая ее окраску с окраской контрольного раствора. Так как осадок сернокислого бария быстро оседает, то контрольный раствор следует периодически взбалтывать до получения однородной суспензии. Титрование заканчивают при появлении в окраске анализируемого раствора сине-фиолетового оттенка, не исчезающего 15 с.

2.2. Определение связанной сернистой кислоты

2.2.1. Сразу же после титрования свободной сернистой кислоты добавляют 8 см^3 раствора гидроокиси натрия или калия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого прибавляют 10 см^3 раствора серной кислоты и немедленно титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей в течение 15 с. Вновь прибавляют 20 см^3 раствора гидроокиси натрия или калия, перемешивают, закрывают пробкой и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 200 см^3 холодной дистиллированной воды (с температурой не выше 8 °С). Тщательно перемешивают, вносят 30 см^3 раствора серной кислоты и сразу же титруют раствором йода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. При анализе красных вин или виноматериалов проводят те же операции, которые указаны в п. 2.2.1, но перед титрованием в анализируемую смесь вносят 50 см^3 суспензии сернокислого бария. Титрование проводят, как указано в п. 2.1.2, используя для сравнения окраски тот же контрольный раствор, который применяют при определении свободной сернистой кислоты.

2.2.2а. Если массовая концентрация общей сернистой кислоты ниже установленных норм более чем на 10 мг/дм^3, то допускается производить ее определение следующим образом. В коническую колбу вносят 7 см^3 раствора гидроокиси натрия или калия, 20 см^3 воды и после перемешивания вносят 50 см^3 вина, виноматериала или коньячного спирта, держа конец пипетки погруженным в раствор щелочи. Смесь перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем вносят 15 см^3 раствора серной кислоты (в коньячный спирт предварительно добавляют 100 см^3 воды), по 1 см^3 растворов трилона Б и крахмала и сразу же титруют раствором йода. При анализе красных вин или виноматериалов перед титрованием в анализируемую смесь вносят 50 см^3 суспензии сернокислого бария. Окраску анализируемого раствора при титровании сравнивают с окраской контрольного раствора, как указано в п. 2.1.2.

2.2.2б. При разногласиях в оценке качества определение общей сернистой кислоты проводят по п. 2.2.1.

2.2.2а, 2.2.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2.3. Внесение поправки на вещества, окисляемые йодом

2.3.1. При арбитражных анализах или в случаях, когда содержание сернистой кислоты равно предельно допустимому или выше, вносят поправку на компоненты вин, виноматериалов или

коньячного спирта, которые так же, как и сернистая кислота, могут окисляться йодом в кислой среде.

50 см³ вина, виноматериалов или коньячного спирта отмеривают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора формалина, колбу закрывают пробкой и оставляют на 30 мин. Затем добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, по 1 см³ растворов трилона Б и крахмала (в коньячный спирт еще 100 см³ дистиллированной воды) и титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с. В красные вина или виноматериалы перед титрованием добавляют 50 см³ суспензии сернокислого бария и титрование проводят, как указано в п. 2.1.2.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Массовую концентрацию свободной (X_1) и общей (X_2) сернистой кислоты в мг/дм³ вычисляют по формулам:

$$X_1 = 0{,}64 \cdot V_1 \cdot 20 = 12{,}8 \cdot V_1;$$

$$X_2 = 0{,}64(V_1+V_2+V_3) \cdot 20 = 12{,}8(V_1+V_2+V_3),$$

где 0,64 — количество сернистой кислоты, соответствующее 1 см³ раствора йода $c\ (1/2J_2) = 0{,}02$ моль/дм³, мг;

V_1 — объем раствора йода $c\ (1/2J_2) = 0{,}02$ моль/дм³, израсходованный на титрование свободной сернистой кислоты, см³;

V_2 и V_3 — объем раствора йода $c\ (1/2J_2) = 0{,}02$ моль/дм³, израсходованный на первое и второе титрование связанной сернистой кислоты, см³;

20 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм³.

3.2. При внесении поправки массовую концентрацию свободной и общей сернистой кислоты вычисляют по формулам:

$$X_1 = 12{,}8\ (V_1 - V_4);$$

$$X_2 = 12{,}8\ (V_1 + V_2 + V_3 - V_4),$$

V_4 — объем раствора йода $c\ (1/2J_2) = 0{,}02$ моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, в которую был добавлен раствор формалина, см³.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2а. При определении сернистой кислоты по п. 2.2а массовую концентрацию общей сернистой кислоты (X_2) вычисляют по формуле

$$X_2 = 12{,}8 \cdot V_5,$$

где V_5 — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.3. Вычисление проводят до первого десятичного знака. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и округляют его до целого числа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать для свободной сернистой кислоты в виноматериалах и винах и общей сернистой кислоты в коньячных спиртах 1,3 мг/дм³, для общей сернистой кислоты в виноматериалах и винах — 3,1 мг/дм³.

3.5. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений общей сернистой кислоты, полученными в разных лабораториях, для одной партии при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 8 мг/дм³.

3.4; 3.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

gost.e-ecolog.ru