ГОСТ 13195—73

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ, КОНЬЯКИ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ. СОКИ ПЛОДОВО-ЯГОДНЫЕ СПИРТОВАННЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.863:006.354 Группа Н79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ, КОНЬЯКИ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ. СОКИ ПЛОДОВО-ЯГОДНЫЕ СПИРТОВАННЫЕ

Метод определения железа

ГОСТ 13195—73

Wines, wine materials, cognacs and cognac spirits.
Method for determination of iron

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на виноградные, плодовые, шампанские, игристые вина, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты и устанавливает колориметрический метод определения железа с железистосинеродистым калием.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА С ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТЫМ КАЛИЕМ

1.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения синего цвета берлинской лазури при взаимодействии ионов трехвалентного железа с железистосинеродистым калием в кислой среде.

1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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.

Колориметр фотоэлектрический по ТУ 3—3.1766; ТУ 3—3.1860; ТУ 3—3.2164.

Колбы 1—100—2 или 2—100—2; 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4—2—1 или 5—2—1; 4—2—2 или 5—2—2; 6—2—5 или 7—2—5; 2—2—5 или 3—2—5; 2—2—10 или 3—2—10; 2—2—20 или 3—2—20; 2—2—50 или 3—2—50; 2—2—100 или 3—2—100.

Цилиндры 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Колбы Кьельдаля 1—100 или 2—100; 1—250 или 2—250 по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147 или чашки из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

Воронки типа В по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий железистосинеродистый (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Водорода пероксид (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры беззольные.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, х. ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1973
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. Приготовление основного раствора железа с массовой концентрацией 0,1 г/дм^3.

0,8640 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100—200 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют 4 см^3 серной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.2. Построение градуировочного графика

Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см^3 основного раствора железоаммонийных квасцов. В каждую колбу добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, одну каплю пергидроля, 4 см^3 раствора железистосинеродистого калия и доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация железа в полученных растворах сравнения составляет 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 мг/дм^3. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения на фотоэлектроколориметре при красном светофильтре с λ_{no} = (600±10) нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм. В качестве контрольного раствора берут дистиллированную воду.

При анализе коньяков и коньячных спиртов для приготовления растворов сравнения берут 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 и 2,00 см^3 основного раствора и все дальнейшие операции проводят так же, как для вин. Массовая концентрация железа в полученных растворах сравнения составляет 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,50 и 2,00 мг/дм^3. При измерении оптической плотности используют кювету с расстоянием между рабочими гранями 30 мм.

Градуировочный график проверяют при каждой смене реактивов. Массовую концентрацию железа в винах, соках, плодово-ягодных спиртованных виноматериалах, коньяках и коньячных спиртах определяют в тех же кюветах и на том же светофильтре, которые использовали для построения градуировочного графика.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.4. Проведение анализа

1.4.1. Перед проведением анализа вина, соки плодово-ягодные спиртованные, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты фильтруют через бумажный фильтр.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отмеривают в зависимости от массовой концентрации железа 5, 10 или 20 см^3 отфильтрованного вина, сока плодово-ягодного спиртованного или 50 см^3 коньяка или коньячного спирта, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, одну каплю пергидроля и 4 см^3 раствора железистосинеродистого калия. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и через 30 мин колориметрируют вместе с контрольным раствором. Для приготовления контрольного раствора такое же количество испытуемого вина, сока плодово-ягодного спиртованного, виноматериала, коньяка, коньячного спирта помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, одну каплю пергидроля и доводят до метки дистиллированной водой. Контрольный раствор готовят одновременно с испытуемым раствором. Если массовая концентрация железа в коньяке или коньячном спирте равна предельно допустимой или выше ее, то определение проводят, как указано в п. 1.4.2.

1.4.2. При арбитражных анализах красные вина, красные плодово-ягодные спиртованные соки, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты должны быть подвергнуты озолению сухим или мокрым способом.

1.4.3. Для сухого озоления в фарфоровый тигель или кварцевую чашку отмеривают в зависимости от массовой концентрации железа 5, 10 или 20 см^3 отфильтрованного красного вина, плодово-ягодного спиртованного сока, виноматериала или 10 см^3 коньяка, коньячного спирта.

Содержимое чашки или тигля выпаривают досуха на водяной бане, затем осторожно озоляют в муфельной печи или на пламени горелки. Если остаются обуглившиеся частицы, трудно поддающиеся минерализации, то чашку или тигель охлаждают, золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, подсушивают на водяной бане и вновь подвергают сжиганию. После полной минерализации чашку (тигель) охлаждают, золу растворяют в 0,5—1 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор с промывными водами переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 4 см^3 раствора соляной кислоты, одну каплю пергидроля и 4 см^3 раствора железистосинеродистого калия. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и через 30 мин колориметрируют, применяя в качестве контрольного раствора дистиллированную воду.

1.4.4. Для мокрого озоления отмеривают в колбу Кьельдаля в зависимости от массовой концентрации железа 5, 10 или 20 см^3 отфильтрованного красного вина, плодово-ягодного спиртованного сока, виноматериала или 100 см^3 коньяка или коньячного спирта, выпаривают на слабом

огне почти досуха, добавляют 2 см^3 серной кислоты и вновь осторожно нагревают, чтобы избежать сильного вспенивания. После почернения всей смеси и прекращения вспенивания содержимое колбы охлаждают, вносят 1 см^3 азотной кислоты и вновь нагревают до прекращения выделения бурых паров окислов азота и обесцвечивания раствора. Если раствор темнеет при охлаждении, то в него вносят еще 1 см^3 азотной кислоты и снова нагревают.

Бесцветный охлажденный раствор из колбы Кьельдаля переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, одну каплю пергидроля и 4 см^3 раствора железистосинеродистого калия. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и через 30 мин колориметрируют. В качестве контрольного раствора берут раствор, полученный при контрольном сжигании. При контрольном сжигании в колбу Кьельдаля вносят 5 см^3 дистиллированной воды, а серной и азотной кислот столько, сколько было добавлено для озоления испытуемой пробы. После удаления окислов азота и охлаждения содержимое колбы Кьельдаля переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют растворы соляной кислоты, пергидроля, железистосинеродистого калия в тех же количествах, что и в испытуемую пробу, и содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки.

1.4.1—1.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Массовую концентрацию железа в винах, виноматериалах, коньяках и коньячных спиртах (X) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = A \cdot K,$$

где A — массовая концентрация железа в испытуемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

K — кратность разбавления вина, виноматериала, коньяка, коньячного спирта.

Вычисление проводят до первого десятичного знака для виноматериалов и вин, плодово-ягодных и спиртованных соков и до второго десятичного знака — для коньяков и коньячных спиртов. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют для виноматериалов и вин, плодово-ягодных спиртованных соков до целого числа, для коньяков и коньячных спиртов — до первого десятичного знака.

Допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений по отношению к среднеарифметическому значению для виноматериалов и вин, плодово-ягодных спиртованных соков при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 4 %. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений для коньяков и коньячных спиртов при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,08 мг/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1.5.2. Допускаемое относительное расхождение между результатами двух измерений, полученными в разных лабораториях для одной партии виноматериала или вина, плодово-ягодных спиртованных соков, не должно превышать 12 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, допускаемое расхождение для коньяка или коньячного спирта не должно превышать 0,2 мг/дм^3 при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минпищепромом СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Н.А. Мехузла, канд. техн. наук; **О.С. Захарина,** канд. биолог. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.07.73 № 1796**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13195—67**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.2
ГОСТ 3118—77	1.2
ГОСТ 4204—77	1.2
ГОСТ 4207—75	1.2
ГОСТ 4461—77	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9147—80	1.2
ГОСТ 10929—76	1.2
ГОСТ 19908—90	1.2
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2
ТУ 3—3.1766—82	1.2
ТУ 3—3.1860—85	1.2
ТУ 3—3.2164—89	1.2
ТУ 6—09—5359—87	1.2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1985 г., августе 1989 г., декабре 1990 г. (ИУС 5—85, 12—89, 4—91)**

Поправка к ГОСТ 13195—73 Вина, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты. Соки плодово-ягодные спиртованные. Метод определения железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Вводная часть. Первый абзац	на виноградные, плодовые, шампанские, игристые вина, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты	на вина и виноматериалы, винные напитки, коньячные, винные, виноградные и фруктовые (плодовые) дистилляты, коньяки, кальвадосы, фруктовые (плодовые) водки (далее — продукт)
Подпункт 1.3.2. Второй абзац	коньяков и коньячных спиртов	коньячных, винных, виноградных и фруктовых (плодовых) дистиллятов, коньяков, кальвадосов, фруктовых (плодовых) водок
там же	вин	вин и виноматериалов
третий абзац	винах, соках, плодово-ягодных спиртованных виноматериалах, коньяках и коньячных спиртах	продукте
Подпункт 1.4.1. Первый абзац	вина, соки плодово-ягодные спиртованные, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты	продукт
второй абзац	вина, сока плодово-ягодного спиртованного	вина, виноматериала
там же	коньяка или коньячного спирта	коньячного, винного, виноградного и фруктового (плодового) дистиллята, коньяка, кальвадоса, фруктовой (плодовой) водки
там же	вина, сока плодово-ягодного спиртованного, виноматериала, коньяка, коньячного спирта	продукта

(Продолжение см. с. 374)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подпункт 1.4.1. Второй абзац	коньяке или коньячном спирте	коньячном, винном, виноградном и фруктовом (плодовом) дистилляте, коньяке, кальвадосе, фруктовой (плодовой) водке
Подпункт 1.4.2	красные вина, красные плодово-ягодные спиртованные соки, виноматериалы, коньяки и коньячные спирты	интенсивно окрашенные продукты
Подпункт 1.4.3	красного вина, плодово-ягодного спиртованного сока, виноматериала	красного вина, красного виноматериала, красного фруктового (плодового) вина, красного фруктового (плодового) виноматериала, красного игристого вина
там же	коньяка, коньячного спирта	коньячного, винного, виноградного и фруктового (плодового) дистиллята, коньяка, кальвадоса, фруктовой (плодовой) водки
Подпункт 1.4.4	красного вина, плодово-ягодного спиртованного сока, виноматериала	красного вина, красного виноматериала, красного фруктового (плодового) вина, красного фруктового (плодового) виноматериала, красного игристого вина
там же	коньяка или коньячного спирта	коньячного, винного, виноградного и фруктового (плодового) дистиллята, коньяка, кальвадоса, фруктовой (плодовой) водки
Подпункт 1.5.1. Первый абзац	винах, виноматериалах, коньяках и коньячных спиртах	продукте
экспликация формулы	вина, виноматериала, коньяка, коньячного спирта	продукта

(Продолжение см. с. 375)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
предпоследний абзац (2 раза), последний абзац	виноматериалов и вин, плодово-ягодных и спиртованных соков	вин и виноматериалов
там же	коньяков и коньячных спиртов	коньячного, винного, виноградного и фруктового (плодового) дистиллята, коньяка, кальвадоса, фруктовой (плодовой) водки
Подпункт 1.5.2	виноматериала или вина, плодово-ягодных спиртованных соков	вин и виноматериалов
там же	коньяка или коньячного спирта	коньячного, винного, виноградного и фруктового (плодового) дистиллята, коньяка, кальвадоса, фруктовой (плодовой) водки

(ИУС № 2 2013 г.)

gost.e-ecolog.ru