

АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Методы определения массовой концентрации
титруемых кислот

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2002

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным учреждением — Всероссийским научно-исследовательским институтом пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности (ВНИИ ПБ и ВП), Техническим комитетом по стандартизации ТК 91 «Пивоваренная, безалкогольная и винодельческая продукция», Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхозпрода России и Рабочей группой, образованной в рамках программы TACIS

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 27 июня 2000 г. № 169-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с Регламентом ЕЭС 2676/90 Комиссии от 17 сентября 1990 г. (Официальный вестник Европейских Сообществ от 03.10.90), устанавливающим методы анализа, действующие в Сообществе, в области производства вина, приложение, глава 13 «Общая кислотность»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Поправкой (ИУС 7—2007)

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

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

АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

The alcohol production and raw material for it producing.
Methods for determination of titrating acids

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию и сырье для ее производства: вина, виноматериалы, спиртные и слабоалкогольные напитки и соки для промышленной переработки (далее — продукт) и устанавливает методы определения массовой концентрации титруемых кислот.

Методы основаны на кислотно-щелочном титровании определенного объема продукта в присутствии индикатора бромтимолового синего и с применением потенциометра до получения нейтральной реакции.

(Поправка).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7164—78 Приборы автоматические следящего уравнивания ГСП. Общие технические условия
- ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию
- ГОСТ 24104—88* 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 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного 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 Р 51144—98 Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб
- ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

титруемая кислотность: Сумма свободных кислот и их кислых солей продукта, грамм на кубический дециметр (грамм на литр), определяемых титрованием раствором щелочи при приведении рН продукта к 7.

4 Метод определения массовой концентрации титруемых кислот с применением индикатора

4.1 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.

Насос лабораторный любого типа.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 номинальной вместимостью 100 и 1000 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 250 см³.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 1,5 и 10 см³.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 см³.

Цилиндры мерные ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 500 см³.

Колбы с тубусом по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 1000 см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы молярной концентрации (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³ и (NaOH) = 1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Бромтимоловый синий [1].

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

4.2 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0, ГОСТ Р 51144.

4.3 Подготовка к определению

4.3.1 Приготовление раствора бромтимолового синего

0,4 г бромтимолового синего растворяют в 20 см³ ректификованного этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки свежевскипяченной охлажденной до 20 °С дистиллированной водой.

4.3.2 Приготовление буферного раствора рН 7,0

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют 107,30 г однозамещенного фосфорнокислого калия в 500 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм³ и доводят объем до метки охлажденной до 20 °С дистиллированной водой.

4.3.3 Удаление двуокиси углерода вакуумом из продуктов, содержащих избыток двуокиси углерода

В колбу вместимостью 1000 см³ помещают 50 см³ продукта, встряхивают 1—2 мин и одновременно создают вакуум с помощью лабораторного насоса.

4.3.4 Удаление двуокиси углерода нагреванием

В коническую колбу отмеряют пипеткой 10 см³ продукта, добавляют 25 см³ дистиллированной воды и доводят до кипения.

4.3.5 Подготовка концентрированного сока (сусла)

В мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 200 см³ концентрированного сока (сусла), доводят объем до метки дистиллированной водой. Закрывают пробкой и тщательно перемешивают до однородного состояния.

4.4 Проведение определения

4.4.1 При удалении двуокиси углерода под вакуумом

В коническую колбу наливают 25 см³ свежевскипяченной охлажденной дистиллированной воды, 1 см³ раствора бромтимолового синего, 10 см³ дегазированного под вакуумом продукта (4.3.3) и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до появления зелено-синей окраски, сразу же добавляют 5 см³ буферного раствора (4.3.2). Полученный

раствор служит раствором сравнения. Затем в другую коническую колбу наливают 30 см³ свежевскипяченной охлажденной дистиллированной воды, 1 см³ раствора бромтимолового синего и 10 см³ дегазированного под вакуумом продукта, а затем титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до появления окраски, идентичной окраске раствора сравнения.

4.4.2 При удалении двуокиси углерода нагреванием

К доведенному до кипения продукту (4.3.4) добавляют 1 см³ раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до появления зелено-синей окраски, а затем сразу же приливают 5 см³ буферного раствора (4.3.2). Полученный раствор служит раствором сравнения. Затем в другую коническую колбу отмеряют 10 см³ продукта, 30 см³ дистиллированной воды, нагревают до кипения, добавляют 1 см³ раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до появления окраски, идентичной окраске раствора сравнения.

4.4.3 Раствор сравнения готовят отдельно для каждой партии.

4.4.4 При арбитражных определениях раствор сравнения готовят в каждом определении.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую концентрацию титруемых кислот X , г/дм³ (г/л), в пересчете на винную или яблочную кислоту вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 1000}{10}, \quad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование 10 см³ продукта, см³;

K — масса оттитрованных кислот, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ и равная для винной кислоты — 0,0075, для яблочной — 0,0067 г;

1000 — коэффициент пересчета результатов на 1 дм³;

10 — объем исследуемого продукта, взятый для титрования, см³.

Вычисление проводят до второго десятичного знака. За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

5 Метод определения массовой концентрации титруемых кислот с применением потенциометра

5.1 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.

Потенциометр по ГОСТ 7164.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 10 см³.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 см³.

Стаканы низкие по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 50 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы молярной концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра, х. ч.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2 Отбор проб

Отбор проб — по 4.2.

5.3 Подготовка к определению

Подготовка продукта (кроме концентрированного сока) к определению — по 4.3.3, концентрированного сока (сусла) — по 4.3.5.

5.4 Проведение определения

5.4.1 Потенциометр настраивают согласно прилагаемой инструкции.

5.4.2 В стакан отмеряют 10 см³ продукта, из которого предварительно удаляют двуокись углерода под вакуумом (4.3.3), добавляют 10 см³ свежевскипяченной охлажденной дистиллированной

воды и титруют раствором гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, наблюдая за показаниями потенциометра. Титрование заканчивают при значении рН 7,0 при 20 °С.

5.5 Обработка результатов

Обработка результатов — по 4.5.

6 Метрологические характеристики

6.1 Сходимость

Разность результатов двух определений, полученных при анализе одной и той же пробы, одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать при вероятности $P = 0,95$:

для вин и виноматериалов — 0,04 г/дм³ (г/л);

для остальных продуктов (раздел I) — 0,07 г/дм³ (г/л).

6.2 Воспроизводимость

Разность результатов двух единичных 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 вин и виноматериалов — 0,2 г/дм³ (г/л);

для остальных продуктов (раздел I) — 0,3 г/дм³ (г/л).

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Библиография

- [1] ТУ 6-09-2086—77. Бромтимоловый синий
ТУ 6-09-4530—77

УДК 663.5.001.4:006.354

ОКС 67.080.10
67.160.10

Н79

ОКСТУ 9108

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

к ГОСТ Р 51621—2000 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Первый абзац	спиртные напитки	спиртные и слабоалкогольные напитки

(ИУС № 7 2007 г.)