

**АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ
И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА**

**Метод определения массовой концентрации
свободного и общего диоксида серы**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

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 24 октября 2000 г. № 274-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 25 «Диоксид серы» в части пунктов 1 и 2.3

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Поправкой (ИУС 3—2002)

© 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

Метод определения массовой концентрации свободного и общего диоксида серы

Alcohol products and raw material for its production.
Method for determination of free and total sulphurous acid mass concentration

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию и сырье для ее производства: вина, виноматериалы, спиртные напитки, винные, плодовые дистилляты и соки для промышленной переработки (далее — продукт) и устанавливает метод определения массовой концентрации свободного и общего диоксида серы.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия
ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 3158—75 Барий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию
ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
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 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

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

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины, с соответствующими определениями:
свободный и связанный диоксид серы: Диоксид серы, присутствующий в продукте в следующих формах H_2SO_3 и HSO_3^- , равновесие которых является функцией pH и температуры:



общий диоксид серы: Совокупность разных форм диоксида серы, присутствующих в продукте в свободном состоянии или в соединении с его компонентами, миллиграмм на кубический дециметр (миллиграмм на литр).

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Колбы конические по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 500 см³.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 1, 10, 50 см³.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 см³.

Колба мерная по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 250 и 1000 см³.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10, 25, 50 и 250 см³.

Стаканы по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 150 и 250 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная и раствор массовой концентрации 180 г/дм³, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH})$ или $c(\text{KOH}) = 4$ моль/дм³, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, х. ч.

Этилендиамин - N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты соль динатриевая (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 30 г/дм³, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, х. ч.

Крахмал по ГОСТ 10163, раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Йод, раствор молярной концентрации $c(1/2 J_2) = 0,02$ моль/дм³, готовят ежедневно из раствора молярной концентрации $c(1/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³, который готовят из стандарт-титра (фиксанала), х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор массовой концентрации 10 г/дм³.

Барий серноокислый по ГОСТ 3158, х. ч.; суспензию готовят следующим образом: к 20 — 25 г серноокислого бария добавляют 100 см³ воды и перемешивают. Перед употреблением суспензию взбалтывают.

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

(Поправка).

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0, ГОСТ Р 51144.

6 Проведение определения

6.1 Определение свободного диоксида серы

6.1.1 Для белых вин и других продуктов, не имеющих окраски

Из открытой бутылки (или другой тары) незамедлительно отмеряют пипеткой 50 см³ продукта в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, по 1 см³ растворов трилона Б и крахмала и сразу же титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с.

При определении в дистилляты перед титрованием к пробе прибавляют 100 см³ дистиллированной воды.

(Поправка).

6.1.2 Для красных вин и других окрашенных продуктов

Из открытой бутылки (или другой тары) незамедлительно отмеряют пипеткой в две конические колбы по 50 см³ продукта, добавляют 3 см³ раствора серной кислоты, по 1 см³ растворов трило-

на Б и крахмала. Затем цилиндром добавляют по 50 см³ суспензии сернокислого бария. Смесь в одной из колб является сравнительной смесью. Смесь в другой колбе сразу же титруют раствором йода, сравнивая ее окраску с окраской сравнительной смеси. Так как осадок сернокислого бария быстро оседает, то сравнительную смесь периодически взбалтывают до получения однородной суспензии. Титрование заканчивают при появлении в окраске исследуемой смеси сине-фиолетового оттенка, не исчезающего 15 с.

6.2 Определение связанного диоксида серы

6.2.1 Сразу после титрования свободного диоксида серы (6.1.1) в колбу добавляют 8 см³ раствора гидроксида натрия или калия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты и незамедлительно титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с. Вновь прибавляют 20 см³ раствора гидроксида натрия или калия, перемешивают, закрывают пробкой и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 200 см³ дистиллированной воды температурой не выше 8 °С. Тщательно перемешивают, вносят 30 см³ раствора серной кислоты и сразу же титруют раствором йода.

6.2.2 При исследовании красных вин и других продуктов, содержащих окраску, сразу после титрования свободного диоксида (6.1.2) дальнейшее определение проводят в соответствии с 6.2.1, но перед титрованием йодом в исследуемую смесь вносят 30 см³ суспензии бария. В процессе титрования окраску исследуемой смеси сравнивают с окраской сравнительной смеси.

6.3 Внесение поправки на химические вещества, окисляемые йодом

При необходимости, для более точных определений, свободный диоксид серы связывают формалином. Для этого пипеткой отмеряют 50 см³ продукта в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора формалина, колбу закрывают пробкой и оставляют на 30 мин. Дальнейшее определение проводят в соответствии с 6.1.1 или 6.1.2.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую концентрацию свободного диоксида X_1 , мг/дм³ (мг/л), вычисляют по формуле

$$X_1 = 0,64 V_1 20, \quad (1)$$

где 0,64 — масса диоксида серы, соответствующая 1 см³ раствора йода молярной концентрации $c(1/2 J_2) = 0,02$ моль/дм³, мг;

V_1 — объем раствора йода молярной концентрации $c(1/2 J_2) = 0,02$ моль/дм³, израсходованный на титрование свободного диоксида серы, см³;

20 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм³.

7.2 Массовую концентрацию общего диоксида серы X_2 , мг/дм³ (мг/л), вычисляют по формуле

$$X_2 = 0,64(V_1 + V_2 + V_3)20, \quad (2)$$

где V_2 и V_3 — объемы раствора йода молярной концентрации $c(1/2 J_2) = 0,02$ моль/дм³, израсходованные на первое и второе титрование связанного диоксида серы, см³.

7.3 Массовую концентрацию свободного диоксида серы X_3 , мг/дм³ (мг/л) и общего диоксида серы X_4 , мг/дм³ (мг/л), с учетом поправки на химические вещества, окисляемые йодом, вычисляют по формулам

$$X_3 = 0,64 \cdot 20 (V_1 - V_4); \quad (3)$$

$$X_4 = 0,64 \cdot 20 (V_1 + V_2 + V_3 - V_4), \quad (4)$$

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

Вычисления проводят до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого числа.

8 Метрологические характеристики

8.1 Сходимость

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

3 мг/дм³ (мг/л) — для винных и плодовых дистиллятов;
1 мг/дм³ (мг/л) — для остальных продуктов (раздел 1).

8.2 Воспроизводимость

Разность результатов двух отдельных и независимых определений, полученных двумя лаборантами, работающими в разных лабораториях с одной и той же пробой, при вероятности $P = 0,95$ не должна превышать:

8 мг/дм³ (мг/л) — для винных и плодовых дистиллятов;
9 мг/дм³ (мг/л) — для остальных продуктов (раздел 1).

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, диоксид серы свободный и общий, проведение определения, обработка результатов, метрологические характеристики
