

АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

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 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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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 КОН) = 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

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

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 pH 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 1) — 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 1) — 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
