ГОСТ 32115-2013
(ГОСТ Р 51655-2000)

Группа Н79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения массовой концентрации свободного и общего диоксида серы

The alcohol production and raw material for it producing. Method for determination of free and total sulphurous acid

МКС 67.080.10
67.160.10

Дата введения 2014-07-01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-2009 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены"

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением "Всероссийский научно-исследовательский институт пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности" Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ "ВНИИПБиВП" Россельхозакадемии), Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхозпрода России и Рабочей группой, образованной в рамках программы TACIS

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 марта 2013 г. N 55-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

(Поправка. ИУС N 10-2015).

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. N 252-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32115-2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51655-2000

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

ВНЕСЕНА поправка, опубликованная в ИУС N 10, 2015 год

Поправка внесена изготовителем базы данных

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе "Национальные стандарты", а текст изменений и поправок - в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

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 нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-73, ИСО 4788-80) 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 этилендиамин-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 24104-2001* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

---

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует ГОСТ Р 53228-2008, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

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 31730-2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3 . 1 **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:

$$H_2SO_3 \rightleftarrows H^+ + HSO_3^- .$$

3.2 **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 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 1, 10, 50 $см^3$.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 $см^3$.

Колба мерная по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 250 и 1000 $см^3$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10, 25, 50 и 250 $см^3$.

Стаканы по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 150 и 250 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная и раствор массовой концентрации 180 $г/дм^3$, х.ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации $c\ (NaOH)$ или $c\ (KOH) = 4$ моль/$дм^3$, 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 $г/дм^3$, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, х.ч.

Крахмал по ГОСТ 10163, раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Йод, раствор молярной концентрации $c\ (\frac{1}{2} J_2) = 0.02$ моль/$дм^3$, готовят ежедневно из раствора молярной концентрации $c\ (\frac{1}{2} J_2) = 0{,}1$ моль/$дм^3$, который готовят из стандарт-титра (фиксанала), х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор массовой концентрации 10 $г/дм^3$.

Барий сернокислый по ГОСТ 3158, х.ч.; суспензию готовят следующим образом: к 20-25 г сернокислого бария добавляют 100 $см^3$ 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.

5 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 8756.0, ГОСТ 31730.

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 $см^3$ продукта в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, 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 определении в дистилляты перед титрованием к пробе прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды.

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 $см^3$ продукта, добавляют 3 $см^3$ раствора серной кислоты, по 1 $см^3$ растворов трилона Б и крахмала. Затем цилиндром добавляют по 50 $см^3$ 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 $см^3$ раствора гидроокиси натрия или калия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого прибавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты и незамедлительно титруют раствором йода до появления сине-фиолетовой окраски, не исчезающей 15 с. Вновь прибавляют 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия или калия, перемешивают, закрывают пробкой и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды температурой не выше 8 °С. Тщательно перемешивают, вносят 30 $см^3$ 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 $см^3$ суспензии бария. В процессе титрования окраску исследуемой смеси сравнивают с окраской сравнительной смеси.

6.3 Внесение поправки на химические вещества, окисляемые йодом

При внесении поправки перед определением свободный диоксид серы связывают формалином. Для этого пипеткой отмеряют 50 см^3 продукта в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 5 см^3 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/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = 0{,}64 V_1 20, \qquad (1)$$

где $0{,}64$ - масса диоксида серы, соответствующая 1 см^3 раствора йода молярной концентрации $c\left(\frac{1}{2}J_2\right) = 0{,}02$ моль/дм^3, мг;

V_1 - объем раствора йода молярной концентрации $c\left(\frac{1}{2}J_2\right) = 0{,}02$ моль/дм^3, израсходованный на титрование свободного диоксида серы, см^3;

20 - коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм^3.

7.2 Массовую концентрацию общего диоксида серы X_1, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_2 = 0{,}64(V_1 + V_2 + V_3)20, \qquad (2)$$

где V_2 и V_3 - объемы раствора йода молярной концентрации $c\left(\frac{1}{2}J_2\right) = 0{,}02$ моль/дм^3, израсходованные на первое и второе титрование связанного диоксида серы, см^3.

7.3 Массовую концентрацию свободного диоксида серы X_3, мг/дм^3, и общего диоксида серы X_4, мг/дм^3, с учетом поправки на химические вещества, окисляемые йодом, вычисляют по формулам:

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

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

где V_4 - объем раствора йода молярной концентрации $c\left(\frac{1}{2}J_2\right) = 0{,}02$ моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, в которую был добавлен раствор формалина, см^3.

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/дм^3 - для винных и плодовых дистиллятов;

1 мг/дм^3 - 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/дм^3 - для винных и плодовых дистиллятов;

9 мг/дм^3 - для остальных продуктов (раздел 1).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Стандартинформ, 2014