
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 2448—
2013

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания этанола

(ISO 2448:1998, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) (ТК 093)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 августа 2013 г. № 58-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстан
Россия	RU	Росстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1623-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2448—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2448:1998 Fruit and vegetable products — Determination of ethanol content (Продукты переработки фруктов и овощей. Определение содержания этанола).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO TC 34/SC 3 «Флодоовощные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт).

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 25555.2—91

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

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации 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

III

Содержание

1 Область применения	1
2 Термины и определения	1
3 Сущность метода	1
4 Реактивы	1
5 Аппаратура	2
6 Отбор проб	2
7 Приготовление анализируемой пробы	2
8 Проведение анализа	2
9 Обработка результатов	4
10 Повторяемость	4
11 Протокол результатов определений	4
Приложение А (обязательное) Процедура проведения анализа, модифицированная для продуктов, содержащих эфирные масла	5

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания этанола

Fruit and vegetable products. Determination of ethanol content

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает химический метод определения этанола в продуктах переработки фруктов и овощей.

Метод не применим для продуктов с массовой долей этанола более 5 %.

Продукты, содержащие эфирные масла, необходимо удалить в соответствии с методикой по приложению А.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 содержание этанола: Содержание этилового спирта, определяемого методом, изложенным в настоящем стандарте, выражаемое массовой долей в процентах — для густых продуктов, или в граммах на 100 см³ — для жидких продуктов.

3 Сущность метода

Выделение этанола дистилляцией с последующим окислением его двуххромовокислым калием в сернокислой среде. Определение избытка двуххромовокислого калия титрованием раствором двойной сернокислой соли железа (II) и аммония в присутствии индикатора сернокислого 1,10-фенантролин — железо (II).

4 Реактивы

Используют реактивы только установленной аналитической чистоты, если нет других указаний, и воду дистиллированную или деминерализованную, или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Кислота серная (H₂SO₄), плотностью ρ₂₀ = 1,84 г/см³.

4.2 Кислота серная, раствор плотностью ρ₂₀ = 1,49 г/см³, в 1 дм³ раствора содержится 500 см³ серной кислоты по 4.1.

4.3 Кальция гидроксид Ca(OH)₂, суспензия, получаемая встряхиванием от 110 до 112 г окиси кальция в 1 дм³ воды.

4.4 Калий двуххромовокислый, раствор, содержащий в 1 дм³ 42,572 г K₂Cr₂O₇. 1 см³ этого раствора соответствует 0,01 г этанола.

4.5 Калий марганцовокислый, раствор, содержащий в 1 дм³ 1,372 г KMnO₄. 10 см³ этого раствора соответствует 1 см³ раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной, по 4.6.

4.6 Соль железа (II) и аммония, двойная сернокислая, 6-водная, [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂]·6H₂O, раствор.

Растворяют в воде 170,2 г двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной. Добавляют 20 см³ серной кислоты по 4.1 и доводят водой до 1 дм³.

2 см³ этого раствора эквивалентно 1 см³ раствора двуххромовокислого калия по 4.4.

Стабилизируют раствор добавлением алюминиевых стружек.

4.7 1,10-Фенантролин-железо (II) сернокислое, раствор. Растворяют в 100 см³ воды 0,695 г сернокислого 7-водного железа (II) (FeSO₄ · 7H₂O), добавляют 1,485 г сернокислого 1,10-Фенантролина (C₁₂H₈N₂ · H₂SO₄) и подогревают для ускорения растворения.

Раствор устойчив при хранении.

5 Аппаратура

При проведении анализа используют общепотребительную лабораторную аппаратуру, в частности перечисленную ниже.

5.1 Установка дистилляционная, состоящая из колбы вместимостью 500 см³, соединенной с фракционной колонкой и холодильником, конец которого сужен и удлинён настолько, чтобы доставал до дна мерной колбы вместимостью 100 см³.

Может быть использована любая другая дистилляционная установка, отвечающая следующим требованиям.

Потери этилового спирта при дистилляции не должны превышать 0,02 %, т. е. положительным считают результат, когда после последней из пяти отгонок 200 см³ смеси этанол-вода объемной долей 10 %, сохранено не менее 9,9 % этанола.

5.2 Нагревательный прибор, обеспечивающий дистилляцию, не сопровождающуюся каким-либо разложением пробы для анализа, содержащейся в колбе.

5.3 Колбы мерные вместимостью 100 см³.

5.4 Пипетки вместимостью 5, 10 и 20 см³.

5.5 Бюретки с краном вместимостью 50 см³.

5.6 Колбы широкогорлые, вместимостью 250 см³, с притертыми стеклянными пробками. Пробки должны быть чистыми, сухими, без следов смазки и воздухонепроницаемыми. Абсолютная герметичность может быть достигнута при помощи политетрафторэтиленовой муфты.

5.7 Блендер лабораторный.

5.8 Весы с точностью взвешивания до 0,01 г.

6 Отбор проб

Необходимо, чтобы проба, поступающая в лабораторию, была представительной и не подверглась порче при транспортировании и хранении.

Отбор проб не является частью метода, описанного в настоящем стандарте. В связи с этим заинтересованным сторонам рекомендуется самим прийти к соглашению по этому вопросу.

7 Приготовление анализируемой пробы

7.1 Твердые или густые продукты (пюре, мармелад или джем, фрукты, овощи)

Механически перемешивают всю пробу для анализа. При этом следует соблюдать осторожность, чтобы не повышалась температура продукта. Пробу берут в достаточном количестве для выполнения двух параллельных определений.

7.2 Жидкие продукты (соки, пульпы и сиропы)

Тщательно перемешивают пробу. Пробу берут в достаточном количестве для выполнения двух параллельных определений.

8 Проведение анализа

Примечание — Если необходимо проверить выполнение требований повторяемости (раздел 10), проводят два определения в соответствии с 8.2.1—8.2.3.

8.1 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 0,01 г такую массу или отбирают такой объем подготовленной пробы, чтобы количество этанола, определяемое в 100 см³ дистиллята, было менее 1 г.

8.2 Определение

8.2.1 Дистилляция

Разбавляют пробу для анализа, добавляя 50 см³ воды, и переносят количественно в колбу дистилляционной установки (см. 5.1). Сосуд, используемый для переноса пробы для анализа, промывают небольшим количеством воды, сливая промывные воды в ту же колбу.

Слегка подщелачивают продукт [до pH (8,0 ± 0,2)] суспензией гидроокиси кальция, взболтав ее перед использованием.

Добавляют стеклянные шарики или кусочки фарфора для регулирования интенсивности кипения. Вносят 10 см³ воды в мерную колбу вместимостью 100 см³ (см. 5.3) и присоединяют к дистилляционной установке так, чтобы конец холодильника установки был опущен в воду.

Осуществляют дистилляцию разбавленной предварительно подщелоченной пробы для анализа таким образом, чтобы дистиллят, попадая в мерную колбу, имел достаточно низкую температуру (от 15 °С до 20 °С).

Собирают примерно от 80 до 85 см³ дистиллята. Прекращают дистилляцию и ополаскивают конец холодильника несколькими кубическими сантиметрами воды.

Встряхивают содержимое мерной колбы для перемешивания. Если необходимо, погружают колбу в холодную воду (от 15 °С до 20 °С) на несколько минут.

Содержимое мерной колбы доводят до метки водой и перемешивают.

8.2.2 Окисление

В колбу с притертой стеклянной пробкой вместимостью 250 см³ (см. 5.6) вносят 20 см³ (V_1) точно отмеренного раствора двуххромовокислого калия (см. 4.4), 20 см³ разбавленной серной кислоты (см. 4.2) и встряхивают.

Добавляют 10 см³ (V_0) точно отмеренного раствора, полученного по 8.2.1. Закрывают колбу шлифованной пробкой, предварительно смочив ее каплей серной кислоты (см. 4.1). Встряхивают колбу и выдерживают не менее 30 мин, периодически встряхивая.

Получающаяся в результате смесь не должна приобретать зеленую окраску катионов хрома, что означало бы слишком высокое содержание этанола в пробе для анализа. В таком случае рекомендуется повторить окисление, взяв меньшее количество дистиллята (например, 5 см³). Если необходимо, повторяют и дистилляцию, и окисление заново, взяв меньшее количество пробы для анализа. Все изменения такого рода следует учитывать при обработке результатов.

Если проба для анализа содержит слишком мало этанола, следует использовать меньшие объемы раствора двуххромовокислого калия (см. 4.4), например 10 или 5 см³, добавив, соответственно, 10 или 15 см³ дистиллированной воды. Все изменения следует учитывать при обработке результатов.

8.2.3 Титрование

Титруют избыток двуххромовокислого калия, используя раствор двойной серноокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6). Избыток двуххромовокислого калия должен составлять не менее 20 % количества, израсходованного на холостой анализ. После каждого добавления титранта колбу встряхивают.

После изменения окраски в процессе титрования на зеленовато-голубую добавляют четыре капли раствора серноокислого 1,10-фенантролин-железа (II) (см. 4.7). Может быть использован другой подходящий индикатор по усмотрению оператора (см. примечание). Продолжают добавлять раствор двойной серноокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), пока окраска раствора не изменится с зеленовато-голубой на коричневую. Если этот момент пропущен, следует вернуться к началу, добавив раствор перманганата калия (см. 4.5).

Вычитают из объема раствора двойной серноокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованного на титрование, одну десятую объема добавленного раствора перманганата калия. Принимают V_2 за объем, остающийся после вычитания, который представляет точный объем раствора двойной серноокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), эквивалентный избытку двуххромовокислого калия.

Примечание — Титрование избытка двуххромовокислого калия раствором двойной серноокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6) может быть также выполнено в присутствии смеси:

- 1 см³ ортофосфорной кислоты (85 %), $\rho_{20} = 1,71$ г/см³;
- 1 см³ раствора, содержащего 0,5 г дифениламинсульфоната бария в 100 см³.

Выполняют два определения на одной и той же подготовленной пробе.

8.2.4 Холостое определение

Выполняют холостое определение по 8.2.2 и 8.2.3, соблюдая те же условия, что и при титровании дистиллята пробы, заменив дистиллят (V_0) таким же объемом дистиллированной воды. Тогда V_3 будет объемом раствора двойной серноокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованным на титрование в холостом определении.

9 Обработка результатов

9.1 Густые или твердые продукты

Массовую долю этанола X , %, вычисляют по формуле

$$X = 0,01V_1 \cdot \frac{V_3 - V_2}{V_3} \cdot \frac{100}{V_0} \cdot \frac{100}{m}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на окисление, см³;

V_3 — объем раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованный на титрование в холостом определении, см³;

V_2 — объем раствора двойной сернокислой соли железа (II) и аммония, 6-водной (см. 4.6), израсходованный на обратное титрование двуххромовокислого калия, см³;

V_0 — объем дистиллята, взятого на титрование, см³;

m — масса пробы для анализа, г;

0,01 — коэффициент пересчета израсходованного объема двуххромовокислого калия на этиловый спирт (см. 4.4);

100 — объем дистиллята, доведенный в мерной колбе до 100 см³ (по 8.2.1);

100 — коэффициент для пересчета содержания этанола на 100 г продукта, т. е. для получения массовой доли этанола в процентах.

9.2 Жидкие продукты

Содержание этанола C , г/100 см³ продукта, вычисляют по формуле

$$C = 0,01V_1 \cdot \frac{V_3 - V_2}{V_3} \cdot \frac{100}{V_0} \cdot \frac{100}{V_4}, \quad (2)$$

где V_0 , V_1 , V_2 и V_3 — значения по 9.1, см³;

V_4 — объем пробы для анализа, см³.

10 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными одним методом на идентичном объекте определений в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать 1 % среднеарифметического значения двух результатов не более чем в 5 % случаев.

11 Протокол результатов определений

Протокол результатов определений должен содержать следующие сведения:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора пробы (если он известен);
- использованный метод анализа вместе со ссылкой на настоящий стандарт;
- все операции, не оговоренные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, наряду с любыми нюансами, которые могли повлиять на результат определения;
- полученные результаты определения;
- если была определена повторяемость, то окончательную оценку полученных результатов.

Приложение А
(обязательное)

**Процедура проведения анализа, модифицированная для продуктов,
содержащих эфирные масла**

В присутствии эфирных масел дистиллят получается мутным из-за капель эфирных масел на поверхности. В таком случае процедуру анализа модифицируют следующим способом.

Дистиллят собирают в мерной колбе вместимостью 100 см³ и выдерживают в течение 2 ч. Объем водной фазы в колбе доводят до метки водой, при этом граница раздела двух фаз (эфирное масло и вода) оказывается на уровне отметки объема колбы.

Выдерживают еще от 1 до 2 ч. Удаляют небольшое количество эфирных масел, собравшихся на поверхности раствора, отсасыванием тонкой пипеткой либо фильтрацией через бумагу в закрытой воронке.

Переносят еще мутный фильтрат в колбу вместимостью 150 см³ и добавляют полистироловые гранулы (размер гранул от 1 до 2 мм). Встряхивают закрытую колбу в течение 15 мин, затем фильтруют через марлю в закрытой воронке. После этого жидкость должна стать прозрачной и утратить свой запах почти полностью.

Полученную жидкость подвергают анализу.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепковой*

Сдано в набор 04.08.2014. Подписано в печать 13.08.2014. Формат 60×84^{1/4}. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 85 экз. Зак. 3106.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

