
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32114—
2013

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Методы определения массовой концентрации титруемых кислот

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2013

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 марта 2013 г. № 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 |
|---|------------------------------------|---|
| 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 |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. № 249-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32114—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51621—2000

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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, 2013

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

II

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ 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 — 2014—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.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные 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 уравновешивания ГСП. Общие технические условия
- ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию
- ГОСТ 24104—2001 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 31730—2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

П р и м е ч а н и е — 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 выпус-

Издание официальное

1

кам 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 Определение

В настоящем стандарте применен 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 pH 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 гидроксид по ГОСТ 4328 или калия гидроксид 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 нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Бромтимоловый синий.

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 31730.

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 pH 7,0

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

4.3.3 Удаление двуокси углерода вакуумом из продуктов, содержащих избыток двуокси 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 двуокси 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 (см. 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 по 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 по 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 по 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, г/дм³ (г/л), в пересчете на винную или яблочную кислоту, вычисляют по формуле

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

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 (см. 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 (см. 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 (см. раздел 1) — 0,3 г/дм³ (г/л).

УДК 663.5.001.4:006.354

МКС 67.080.10
67.160.10

H79

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

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.10.2013. Подписано в печать 01.11.2013. Формат 60×84 $\frac{1}{2}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 108 экз. Зак. 1275.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.