

ВИНА, ВИНМАТЕРИАЛЫ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

Соки плодово-ягодные спиртованные
Методы определения летучих кислотГОСТ
13193—73Wines, wine materials and cognac spirits. Spirit fruit-berry juices.
Methods of volatile acids determinationМКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на виноградные, плодово-ягодные, шампанские, игристые вина, виноматериалы, коньячные спирты, соки плодово-ягодные спиртованные и устанавливает методы определения летучих кислот:

Требования настоящего стандарта являются обязательными.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

1*. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЛЕТУЧИХ
КИСЛОТ МЕТОДОМ ОТГОНКИ С ВОДЯНЫМ ПАРОМ

1.1. Сущность метода

Метод основан на отгонке летучих кислот из вина и коньячного спирта с помощью водяного пара в специальном приборе. Дистиллят титруют раствором щелочи в присутствии фенолфталеина.

1.2. 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.

Термометры 1-А2 или 2-А2, или 1-Б2, или 2-Б2 по ТУ 25—2021—003—88.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003.

Колбы Кн-250; Кн-750 или Кн-1000 по ГОСТ 25336.

Холодильники по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос Комовского.

Колбы с тубусом 1—250 или 2—250, или 1—500, или 2—500 по ГОСТ 25336.

Капельницы по ГОСТ 25336.

Бюретки 1—2—25—0,1.

Зажим Гофмана или Мора для предохранительной трубки.

Пемза или капилляры стеклянные, запаянные с одного конца.

Перегонный аппарат (черт. 1) состоит из конической колбы 1 вместимостью 1000 или 750 см³, которая служит парообразователем, специального сосуда для вина 2, погруженного в колбу, шарикового холодильника 4. Пар из колбы парообразователя попадает в специальный сосуд через трубку и, перемешивая вино, увлекает в холодильник летучие кислоты. Для приема дистиллята служит коническая колба 5 вместимостью 250 см³. В резиновой пробке колбы 1 имеется два отверстия. В одно вставлена трубка специального сосуда, соединенная при помощи изогнутой стеклянной трубки с холодильником, а во второе — изогнутая трубка 3, на которую надет резиновый шланг с зажимом, отводящая избыток пара из парообразователя.

Для определения летучих кислот можно использовать перегонные аппараты других конструкций, которые должны отвечать следующим требованиям:

а) из пара, поступающего из парообразователя, должна быть удалена двуокись углерода с таким расчетом, чтобы при добавлении 0,1 см³ раствора гидроксида натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³ к 250 см³ водного дистиллята в присутствии двух капель раствора фенолфталеина появлялась розовая окраска, не исчезающая 10 с;

* На территории Российской Федерации — по ГОСТ Р 51654—2000.

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

б) при перегонке раствора уксусной кислоты с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, помещенного в сосуд для вина, в дистилляте должно быть обнаружено не менее 99,5 % ее исходного количества.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы c (NaOH или KOH) = $0,1 \text{ моль/дм}^3$ или $0,05 \text{ моль/дм}^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра; раствор с концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ готовят из раствора с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Фенолфталеин, раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Йод раствор c ($1/2I_2$) = $0,01 \text{ моль/дм}^3$ готовят ежедневно из раствора c ($1/2I_2$) = $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Раствор c ($1/2J_2$) = $0,1 \text{ моль/дм}^3$ готовят по ГОСТ 25794.2 или из стандарт-титра.

Крахмал по ГОСТ 10163, раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

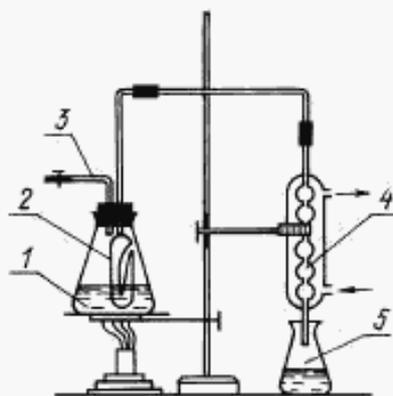
Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199, насыщенный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Кислота уксусная, раствор c (CH_3COOH) = $0,1 \text{ моль/дм}^3$ готовят из стандарт-титра.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).



Черт. 1

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. Перед проведением анализа из шампанских и игристых вин удаляют двуокись углерода путем продувания воздуха в течение 3—5 мин водоструйным насосом или насосом Комовского, или путем создания вакуума в течение 1—2 мин до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности вина.

1.3.2. В специальный сосуд отмеривают 10 см^3 вина, виноматериалов, плодово-ягодных спиртованных соков или 20 см^3 коньячного спирта. В вино, виноматериалы, плодово-ягодные спиртованные соки добавляют кристалл винной кислоты (около $0,25 \text{ г}$). В коническую колбу (парообразователь) наливают свежее кипяченую дистиллированную воду в таком количестве, чтобы ее уровень был выше уровня исследуемого вина, виноматериалов, плодово-ягодных спиртованных соков в специальном сосуде и ниже отверстия трубки. Для обеспечения равномерного кипения воды в парообразователь добавляют несколько кусочков пемзы или капилляры, запаянные с одного конца.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.4. Проведение анализа

1.4.1. Колбу с водой начинают подогревать. До начала кипения открывают зажим пароотводящей трубки для выпуска воздуха и углекислоты, содержащейся в исследуемом вине, виноматериалах. Затем закрывают зажим и ведут перегонку до тех пор, пока в приемной конической колбе с нанесенной меткой 100 см^3 не наберется 100 см^3 дистиллята.

В процессе перегонки нагреванием регулируют поступление пара из колбы, обеспечивая равномерное прохождение его через вино, виноматериалы, плодово-ягодные спиртованные соки. В случае необходимости ослабляют зажим пароотводящей трубки, чтобы выпустить часть пара в воздух. Дистиллят нагревают до $60 \text{ }^\circ\text{C}$ — $70 \text{ }^\circ\text{C}$, добавляют две капли раствора фенолфталеина и титруют раствор гидроокиси натрия или калия с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ до появления розовой окраски, не исчезающей 30 с.

При анализе коньячных спиртов для титрования берут раствор гидроокиси натрия или калия с концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.4.2. В молодых бесцветных коньячных спиртах определение летучих кислот проводят без перегонки. Отмеривают 20 см^3 коньячного спирта в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , добавляют 80 см^3 свежее кипяченой дистиллированной воды, две капли раствора фенолфталеина и титруют раствор гидроокиси натрия или калия с концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ до появления розовой окраски, не исчезающей 30 с.

1.4.3. Если вино, виноматериал содержит более 50 мг/дм^3 сернистой кислоты, а массовая концентрация летучих кислот находится на пределе допускаемой кондиции или выше ее, то в результате испытания вносят поправку на перешедшую в дистиллят сернистую кислоту, свободную

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

и связанную с альдегидами. Сернистую кислоту определяют в дистилляте йодометрическим методом. Для определения свободной сернистой кислоты к дистилляту, оттитрованному раствором гидроксида натрия или калия, как указано в п. 1.4.1, добавляют каплю соляной кислоты, 2 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода с концентрацией 0,01 моль/дм³ до появления голубой окраски, не исчезающей 15 с. Для определения связанной сернистой кислоты разрушают альдегид-сернистое соединение, добавляя в эту же колбу 20 см³ раствора буры. Если в течение 5 мин окраска от йода исчезает, то вносят 2—3 капли соляной кислоты и вновь титруют жидкость раствором йода, с концентрацией 0,01 моль/дм³, до повторного появления голубой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Массовую концентрацию в винах, виноматериалах летучих кислот (X), г/дм³, вычисляют по формуле

без внесения поправки на сернистую кислоту

$$X = \frac{0,006 \cdot V \cdot 1000}{10}$$

Массовую концентрацию в плодово-ягодных спиртованных соках летучих кислот (X'), г/100 см³, вычисляют по формуле

$$X' = \frac{0,006 \cdot V \cdot 100}{10}$$

где 100 — коэффициент пересчета результатов анализа для соков спиртованных плодово-ягодных на 100 см³;

0,006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, г;

V — объем раствора гидроксида натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование дистиллята, см³;

10 — объем вина, виноматериалов, взятый для испытания, см³;

1000 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм³, с внесением поправки на сернистую кислоту

$$X_1 = \frac{0,006 \cdot \left[V - \left(V_1 + \frac{V_2}{2} \right) \cdot \frac{1}{10} \right] \cdot 1000}{10}$$

0,006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, г;

V — объем раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование дистиллята, см³;

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование свободной сернистой кислоты, см³;

V_2 — объем раствора йода, израсходованный на титрование связанной сернистой кислоты, см³;

2 — коэффициент для перевода связанной сернистой кислоты из двухосновной в одноосновную;

$\frac{1}{10}$ — коэффициент пересчета раствора йода с концентрацией 0,01 моль/дм³ на раствор с концентрацией 0,1 моль/дм³;

10 — объем вина, виноматериалов, взятый для анализа, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1.5.2. Массовую концентрацию в коньячных спиртах летучих кислот (X_2) в пересчете на уксусную кислоту в миллиграммах на 100 см³ безводного спирта вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{3 \cdot V \cdot 100 \cdot 100}{20 \cdot C}$$

где 3 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия или калия с концентрацией 0,05 моль/дм³, мг;

C — объемная доля этилового спирта в коньячном спирте, %;

- 20 — объем коньячного спирта, взятый для испытания, см³;
- V — объем раствора гидроксида натрия или калия с концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование дистиллята, см³;
- 100 — коэффициент пересчета результатов анализа на 100 см³ безводного спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1.5.3. Для виноматериалов и вин вычисление проводят до второго десятичного знака, для коньячных спиртов — до первого десятичного знака. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют для вин и виноматериалов до второго десятичного знака, для коньячных спиртов — до целого числа.

1.5.4. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать для виноматериалов и вин 0,06 г/дм³, для коньячных спиртов — 2,9 мг/100 см³ безводного спирта.

1.5.5. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученными в разных лабораториях для одной партии при доверительной вероятности $P=0,95$, не должно превышать для виноматериалов и вин 0,12 г/дм³, для коньячных спиртов — 5 мг/100 см³ безводного спирта.

1.5.3—1.5.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЛЕТАЧИХ КИСЛОТ МЕТОДОМ ДРОБНОЙ ПЕРЕГОНКИ (МЕТОД МАТЬЕ)

2.1. Сущность метода

Метод дробной перегонки действителен для вин с массовой концентрацией летучих кислот до 1 г/дм³.

Метод основан на отгонке летучих кислот из вина, плодово-ягодного спиртованного сока без водяного пара. По мере уменьшения объема вина, плодово-ягодного спиртованного сока в процессе перегонки в перегонную колбу периодически, для восполнения объема, добавляют дистиллированную воду. Дистиллят титруют раствором щелочи в присутствии фенолфталеина.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2. 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.

Термометры 1-А2 или 2-А2, или 1-Б2, или 2-Б2 по ТУ 25—2021—003—88.

Бюретки 1—2—25—0,1.

Пипетки 2—2—10 или 3—2—10.

Цилиндры 1—25 или 3—25 по ГОСТ 1770.

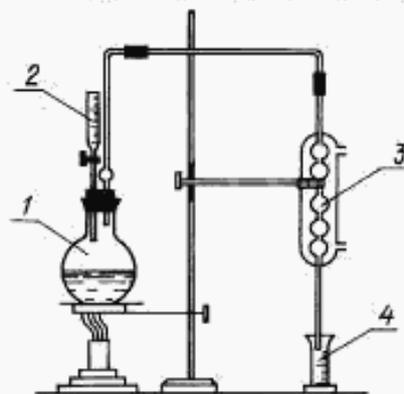
Капельницы по ГОСТ 25336.

Холодильники по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-100 или Кн-250 по ГОСТ 25336.

Колбы К-50 по ГОСТ 25336.

Перегонный аппарат (черт. 2) состоит из круглодонной перегонной колбы 1, присоединенной к вертикально установленному холодильнику 3. В пробку перегонной колбы вставлена воронка с краном и делениями 2. Приемником служит цилиндр 4 вместимостью 25 см³.



Черт. 2

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы с (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра.

Фенолфталеин, раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В перегонную колбу наливают 10 см³ исследуемого вина, плодово-ягодного спиртованного сока (из шампанских и игристых вин предварительно удаляют углекислоту, как указано в п. 1.2.1) и приступают к перегонке. Когда наберется 6 см³ отгона, в перегонную колбу из капельной воронки прибавляют 6 см³ кипяченой дистиллированной воды. Перегонку продолжают, добавляя в перегонную колбу по 6 см³ дистиллированной воды каждый раз, когда в приемном цилиндре объем дистиллята увеличится на 6 см³. Перегонку прекращают, когда в приемном цилиндре соберется 24 см³ отгона. При добавлении в перегонную колбу воды из капельной воронки оставляют в последней 2—3 капли воды.

Дистиллят переносят из цилиндра в коническую колбу, цилиндр промывают 1—2 раза дистиллированной водой, сливая промывную воду в коническую колбу. Дистиллят нагревают до 60 °С—70 °С, добавляют две капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³ до появления розовой окраски, не исчезающей 30 с.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую концентрацию летучих кислот в вине (X_3) в г/дм³ в пересчете на уксусную кислоту вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{0,006 \cdot V \cdot 1,1 \cdot 1000}{10}$$

Массовую концентрацию летучих кислот в плодово-ягодных спиртованных соках (X_4) в г/100 см³ в пересчете на уксусную кислоту вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{0,006 \cdot V \cdot 1,1 \cdot 100}{10}$$

где 100 — коэффициент пересчета результатов анализа на 100 см³;

0,006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование дистиллята, см³;

1,1 — поправка на неполноту перехода летучих кислот в дистиллят;

1000 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм³;

10 — объем вина, взятый для определения, см³.

Метрологические характеристики метода по пп. 1.5.3—1.5.5.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минпищепромом СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н.А. Мехузла, канд. техн. наук; О.С. Захарина, канд. биолог. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.07.73 № 1795

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13193—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|---|--------------|
| ГОСТ 1770—74 | 2.2 | ГОСТ 24104—88 | 1.2, 2.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 1.2 | ГОСТ 24363—80 | 1.2, 2.2 |
| ГОСТ 4199—76 | 1.2 | ГОСТ 25336—82 | 1.2, 2.2 |
| ГОСТ 4328—77 | 1.2, 2.2 | ГОСТ 25794.1—83 | 1.2, 2.2 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 1.2, 2.2 | ГОСТ 25794.2—83 | 1.2 |
| ГОСТ 5817—77 | 1.2 | ТУ 25—2021—003—88 | 1.2, 2.2 |
| ГОСТ 5962—67 | 1.2, 2.2 | ТУ 25—1819.0021—90 | 1.2 |
| ГОСТ 6709—72 | 1.2, 2.2 | ТУ 25—1894.003—90 | 1.2 |
| ГОСТ 10163—76 | 1.2 | | |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1985 г., августе 1989 г., декабре 1990 г. (ИУС 5—85, 12—89, 4—91)