

# **АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА**

## **Метод определения массовой концентрации свободного и общего диоксида серы**

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 ТАСИС

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 24 октября 2000 г. № 274-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 25 «Диоксид серы» в части пунктов 1 и 2.3

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Поправкой (ИУС 3—2002)

© 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

## АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОДУКЦИЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

## Метод определения массовой концентрации свободного и общего диоксида серы

Alcohol products and raw material for it's production.  
Method for determination of free and total sulphurous acid mass concentration

Дата введения 2001—07—01

**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 ссылки на следующие стандарты:
- ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия
  - ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
  - ГОСТ 3158—75 Барий серноокислый. 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 этилендиамина-N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
  - 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 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

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

### 3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины, с соответствующими определениями:  
**свободный и связанный диоксид серы:** Диоксид серы, присутствующий в продукте в следующих формах  $\text{H}_2\text{SO}_3$  и  $\text{HSO}_3^-$ , равновесие которых является функцией pH и температуры:



**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<sup>3</sup>.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 1, 10, 50 см<sup>3</sup>.

Бюретки по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Колба мерная по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 250 и 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10, 25, 50 и 250 см<sup>3</sup>.

Стаканы по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 150 и 250 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная и раствор массовой концентрации 180 г/дм<sup>3</sup>, х. ч.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 или калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации  $c(\text{NaOH})$  или  $c(\text{KOH}) = 4$  моль/дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, х. ч.

Крахмал по ГОСТ 10163, раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Йод, раствор молярной концентрации  $c(1/2 J_2) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup>, готовят ежедневно из раствора молярной концентрации  $c(1/2 J_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, который готовят из стандарт-титра (фиксанала), х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

Барий серноокислый по ГОСТ 3158, х. ч.; суспензию готовят следующим образом: к 20 — 25 г серноокислого бария добавляют 100 см<sup>3</sup> 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.

**(Поправка).**

### 5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0, ГОСТ Р 51144.

### 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<sup>3</sup> продукта в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, по 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> дистиллированной воды.

**(Поправка).**

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<sup>3</sup> продукта, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, по 1 см<sup>3</sup> растворов трило-

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

## 6.3 Внесение поправки на химические вещества, окисляемые йодом

При необходимости, для более точных определений, свободный диоксид серы связывают формалином. Для этого пипеткой отмеряют 50 см<sup>3</sup> продукта в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> (мг/л), вычисляют по формуле

$$X_1 = 0,64 V_1 20, \quad (1)$$

где 0,64 — масса диоксида серы, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора йода молярной концентрации  $c(1/2 J_2) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup>, мг;

$V_1$  — объем раствора йода молярной концентрации  $c(1/2 J_2) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование свободного диоксида серы, см<sup>3</sup>;

20 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм<sup>3</sup>.

7.2 Массовую концентрацию общего диоксида серы  $X_2$ , мг/дм<sup>3</sup> (мг/л), вычисляют по формуле

$$X_2 = 0,64(V_1 + V_2 + V_3)20, \quad (2)$$

где  $V_2$  и  $V_3$  — объемы раствора йода молярной концентрации  $c(1/2 J_2) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованные на первое и второе титрование связанного диоксида серы, см<sup>3</sup>.

7.3 Массовую концентрацию свободного диоксида серы  $X_3$ , мг/дм<sup>3</sup> (мг/л) и общего диоксида серы  $X_4$ , мг/дм<sup>3</sup> (мг/л), с учетом поправки на химические вещества, окисляемые йодом, вычисляют по формулам

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

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

где  $V_4$  — объем раствора йода молярной концентрации  $c(1/2 J_2) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование пробы, в которую был добавлен раствор формалина, см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> (мг/л) — для винных и плодовых дистиллятов;

1 мг/дм<sup>3</sup> (мг/л) — 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<sup>3</sup> (мг/л) — для винных и плодовых дистиллятов;

9 мг/дм<sup>3</sup> (мг/л) — для остальных продуктов (раздел 1).

---

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, диоксид серы свободный и общий, проведение определения, обработка результатов, метрологические характеристики

---