МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДКА

ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии и Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликеро-водочная продукция»

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (отчет технического секретариата № 3 от 15.04.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Комитет по стандартизации, метрологии и сертификации при Совете Министров Республики Беларусь (Белстандарт)
Республика Казахстан	Главное Управление по стандартизации и метрологии при Кабинете Министров Республики Казахстан (Казглавстандарт)
Республика Молдова	Государственный Департамент Республики Молдова по стандартам и метрологии (Молдовастандарт)

Изменение № 1 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21 июля 1994 г. № 195 межгосударственный стандарт ГОСТ 5363—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5363—82

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1998 г.) с Изменением № 1, принятым в апреле 1998 г. (ИУС 8—98)

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Правила приемки 2
4 Методы анализа 2
4.5 Определение полноты налива 2
4.6 Определение органолептических показателей 3
4.7 Определение крепости водок ареометром 3
4.8 Определение щелочности 5
4.9 Определение массовой концентрации альдегидов 5
4.10 Определение массовой концентрации сивушного масла 6
4.11 Определение массовой концентрации сложных эфиров 6
4.12 Определение объемной доли метилового спирта 8
5 Фотоэлектроколориметрические методы определения примесей в водках 9
5.1 Метод определения массовой концентрации альдегидов 9
5.2 Метод определения массовой концентрации сивушного масла 10
5.3 Метод определения массовой концентрации сложных эфиров 12
5.4 Метод определения объемной доли метилового спирта 13
Приложение 1 Проверка правильности определения массовой концентрации альдегидов 15
Приложение 2 Проверка правильности определения массовой концентрации сивушного масла . 16
Приложение 3 Проверка правильности определения объемной доли метилового спирта 17
Приложение 4 Библиография 18

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДКА

Правила приемки и методы анализа

Vodka
Acceptance rules and test methods

Дата введения 1995—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на водки и водки особые и устанавливает правила приемки и методы анализа.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (СТ СЭВ 1247—78, СТ СЭВ 4021—83, СТ СЭВ 4977—85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 (СТ СЭВ 4276—83) Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3639—79 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

ГОСТ 4108—72 (СТ СЭВ 3859—82) Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 (СТ СЭВ 3856—82) Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 (СТ СЭВ 809—77) Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12738—77 Колбы стеклянные с градуированной горловиной. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919—83 (СТ СЭВ 4138—83) Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 (СТ СЭВ 2945—81, СТ СЭВ 4023—83, СТ СЭВ 4975—85, СТ СЭВ 4976—85) Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Издание официальное

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

3 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1 Водки принимают партиями.

Партией считают количество водки одного наименования, одной даты розлива, оформленное одним документом о качестве.

Допускается вместо выдачи документа о качестве на сопроводительной документации ставить штамп ОТК с указанием, что партия водки соответствует требованиям нормативного документа.

3.2 Для проверки соответствия упаковывания и маркирования требованиям нормативной документации отбор единиц продукции в выборку проводят методом случайного отбора по таблице 1.

Таблица 1*

Объем партии водки, бутылки	Объем выборки, бутылки	Приемочное число	Браковочное число
От 501 до 1200 включ.	20	2	3
» 1201 » 10000 »	32	3	4
» 10001 » 35000 »	50	5	6
» 35001 » 500000 »	80	7	8
» 500001 и выше	125	10	11

3.3 Партию водки принимают, если количество бутылок с водкой, имеющих деформацию, разрывы, перекосы этикеток, ворсинки, в выборке меньше или равно приемочному числу, и бракуют, если количество таких бутылок с водкой в выборке больше или равно браковочному числу.

3.4 Для определения физико-химических и органолептических показателей водки от партии методом случайного отбора отбирают выборку в количестве четырех бутылок.

3.5 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей партию бракуют.

4 МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1 Четыре бутылки водки с актом об отборе проб передают в заводскую лабораторию.

4.2 Для проведения испытаний используют две бутылки водки (определение крепости водки, органолептических показателей, содержания примесей и щелочности водки).

4.3 Две другие бутылки сохраняют в заводской лаборатории в течение 1 мес на случай возникновения разногласий в оценке качества.

4.4 Горла бутылок, отобранных для пробы, обертывают куском ткани или бумагой и обвязывают шпагатом, концы которого пломбируют или опечатывают сургучной печатью на картонной или деревянной бирке, с прошнурованной этикеткой, на которой должны быть указаны:

наименование организации, в систему которой входит предприятие-изготовитель;

наименование предприятия-изготовителя и его местонахождение;

наименование водки;

дата розлива;

количество водки в партии, от которой отобрана проба;

номер документа о качестве партии водки;

дата отбора пробы;

фамилии и подписи лиц, отобравших пробу.

4.5 Определение полноты налива

Метод основан на определении объема водки в бутылке с применением мерной лабораторной посуды.

* Таблицы 2, 4, 5. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.5.1 *Аппаратура*

Секундомер по нормативному документу.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные с градуированной горловиной 1—50 ХС3; 2—1—100 ХС3; 4—1—250 ХС3; 6—500 ХС3; 12—1000 ХС3 по ГОСТ 12738.

Колбы 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

4.5.2 *Проведение анализа*

Водку из бутылки осторожно переливают по стенке в чистую, предварительно ополоснутую испытуемой водкой мерную колбу или мерную колбу с градуированной горловиной. После слива и выдержки бутылки над воронкой мерной колбы в течение 30 с проверяют объем слитой водки с учетом коэффициента поправки на температуру.

Недолив количественно определяют внесением дополнительного объема водки в мерную колбу до метки пипеткой с ценой деления 0,1 $см^3$.

Перелив количественно определяют изъятием избыточного объема водки из мерной колбы до метки пипеткой с ценой деления 0,1 $см^3$.

При проверке полноты налива уровень нижнего мениска водки должен совпадать с меткой на колбе.

4.6 Определение органолептических показателей

Метод заключается в оценке цвета, прозрачности, запаха и вкуса, выполняемой органолептически.

Органолептическую оценку водки проводят в светлом, хорошо проветренном помещении без посторонних запахов.

4.6.1 *Определение цвета и прозрачности*

Метод основан на визуальном сравнении в проходящем свете испытуемой водки и дистиллированной воды.

4.6.1.1 *Аппаратура и материалы*

Пробирки типов П 1 или П 2 по ГОСТ 25336.

Пипетка 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Штатив для пробирок.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.6.1.2 *Проведение анализа*

В две одинаковые по высоте и диаметру пробирки наливают по 10 $см^3$: в одну — анализируемую водку, в другую — дистиллированную воду.

Сравнивают содержимое пробирок в проходящем рассеянном свете, устанавливают различные отклонения от цвета и прозрачности в испытуемой водке.

4.6.2 *Определение вкуса и запаха*

Метод заключается в органолептической оценке вкуса и запаха анализируемой водки.

4.6.2.1 *Аппаратура*

Бокалы дегустационные.

4.6.2.2 *Проведение анализа*

Около 50 $см^3$ анализируемой водки наливают в дегустационный бокал и тотчас же после предварительного перемешивания вращением испытывают изделие на вкус и запах.

При наличии эталонов рекомендуется проводить сравнительную дегустацию водок.

Одновременно допускается дегустирование не более пяти образцов водки, причем соблюдается такая последовательность, при которой образцы заведомо лучшего качества анализируются сначала.

4.7 Определение крепости водок ареометром

Метод основан на измерении концентрации этилового спирта ареометром для спирта в водно-спиртовом растворе, полученном после предварительной перегонки водки.

4.7.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Ареометры стеклянные для спирта типа АСП-1 или АСП-2 по ГОСТ 18481.

Термометры жидкостные стеклянные с ценой деления 0,1 или 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Каплеуловитель КО—14/23—60 ХС или КО—60 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2—250—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Колбы К-1—500—29/32 ТХС, К-1—1000—29/32 ТХС или П-1—500—29/32 ТС, П—1—1000—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник стеклянный лабораторный ХШ-1—400—29/32 ХС или ХПТ-3—400 по ГОСТ 25336.

Цилиндры —1 50/335 по ГОСТ 18481 или 1—250, 1—500 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Прибор для перегонки спирта (см. рисунок) состоит из перегонной плоскодонной или круглодонной колбы *1*, соединенной через каплеуловитель *2* с зашлифованной нижней частью с холодильником *3*. Допускается использовать колбу, закрывающуюся резиновой пробкой с отверстием, в которое вмонтирован каплеуловитель с оплавленным концом.

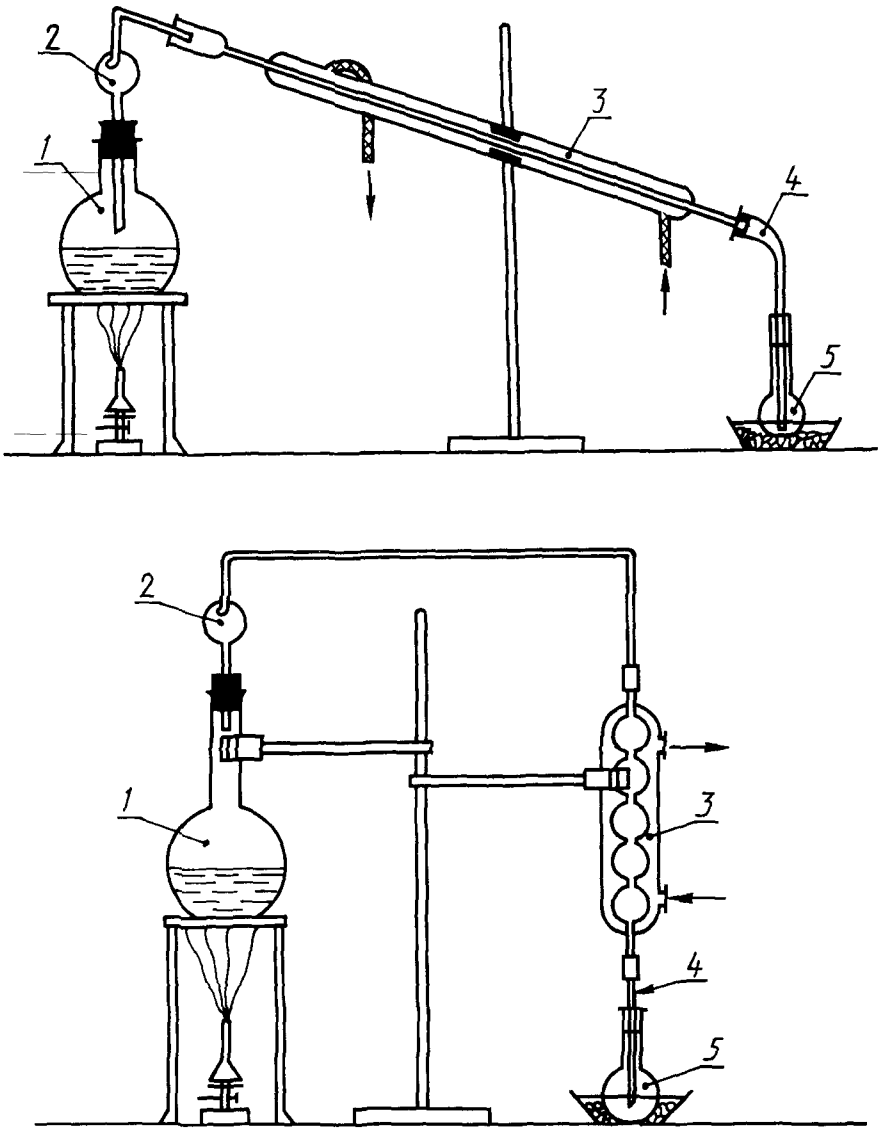
Холодильник соединен с приемной колбой *5* стеклянной трубкой *4* с вытянутым узким концом, который должен доходить почти до дна приемной колбы, но не касаться его.

Перегонная установка должна отвечать требованиям герметичности.

4.7.2 *Проведение анализа*

250—500 см^3 водки, отмеренной мерной колбой при температуре 20 °С, помещают в перегонную колбу вместимостью 500—1000 см^3. Мерную колбу ополаскивают два-три раза дистиллированной водой, сливая ее содержимое в перегонную колбу с таким расчетом, чтобы объем дистиллированной воды не превышал 60 см^3.

Прибор для перегонки спирта



Перегонку проводят в установке, указанной на рисунке.

Приемной колбой служит та же мерная колба, которой отмеривают анализируемую водку. В нее наливают 10—15 см^3 дистиллированной воды и погружают узкий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в баню с холодной водой и начинают перегонку.

После заполнения приемной колбы примерно наполовину ее опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 см^3 дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора.

После заполнения приемной колбы дистиллятом на $^4/_5$ объема перегонку прекращают, доводят объем до метки дистиллированной водой при температуре 20 °С и перемешивают.

Содержимое колбы переносят в сухой цилиндр для ареометров и измеряют концентрацию спирта ареометром для спирта по ГОСТ 3639.

4.7.3 *Обработка результатов*

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1 % (по объему).

4.8 Определение щелочности [объема соляной кислоты c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованной на титрование 100 см^3 водки]

4.8.1 *Химический метод*

Метод основан на установлении объема соляной кислоты c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованной на титрование 100 см^3 водки.

4.8.1.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Бюретка 1—1—2—25 по ГОСТ 29251.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—19 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—100 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

Метиловый красный (индикатор) по НД [1]; 0,1 г индикатора растворяют при нагревании в 100 см^3 этилового спирта.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.1.2 *Проведение анализа*

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 100 см^3 анализируемой водки и титруют ее в присутствии двух капель индикатора метилового красного раствором соляной кислоты c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 до перехода желтой окраски раствора в розовую.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1 см^3.

4.8.2 *Потенциометрический метод*

Метод основан на потенциометрическом установлении точки нейтрализации анализируемой водки с применением слабого раствора соляной кислоты.

4.8.2.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Иономер универсальный любой марки.

Бюретка 1—1—2—25 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2—2—100 по ГОСТ 29169.

Стаканы химические Н-2—25 ТХС и Н-2—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.8.2.2 *Проведение анализа*

В химический стакан вместимостью 250 см^3 помещают 100 см^3 анализируемой водки и проводят титрование раствором соляной кислоты c (HCl) = 0,1 моль/дм^3. После каждого прибавления раствора жидкость в колбе перемешивают и наблюдают за показаниями иономера. Титрование заканчивают при pH 6,1.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1 см^3.

4.9 Определение массовой концентрации альдегидов

Метод основан на реакции присутствующих в анализируемой водке альдегидов с фуксинсернистым реактивом I.

4.9.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативному документу.

Секундомер по нормативной документации.

Штатив для пробирок.

Пипетки 1—1—2—2 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см^3 с пришлифованными пробками.

Типовые растворы для определения массовой концентрации альдегидов по НД [2].

Фуксинсернистый реактив I по НД [2].

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.2 *Проведение анализа*

В одну пробирку помещают 10 см^3 типового раствора альдегидов, а в другую — 10 см^3 анализируемой водки или ее отгона. Типовой раствор альдегида берется соответственно сорту испытуемой водки. В обе пробирки приливают по 2 см^3 фуксинсернистого реактива I. Пробирки закрывают пришлифованными пробками, перемешивают их содержимое и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин. Образовавшуюся окраску растворов сравнивают визуально на белом фоне или с применением фотоэлектроколориметра в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм при светофильтре с длиной световой волны 540 нм.

Окраска испытуемого раствора должна совпадать с окраской типового раствора или быть менее интенсивной.

4.10 Определение массовой концентрации сивушного масла

Метод основан на реакции присутствующих в анализируемой водке высших спиртов с раствором салицилового альдегида в присутствии серной кислоты.

4.10.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативному документу.

Секундомер по нормативному документу.

Штатив для пробирок.

Пипетки 1—1—2—0,5, 1—2—2—5 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 45 см^3 с пришлифованными пробками.

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204, выдерживающая пробу Саваля, или ос. ч. по ГОСТ 14262, концентрированная.

Спиртовой раствор салицилового альдегида с объемной долей 1 % по НД [2].

Типовые растворы для определения массовой концентрации сивушного масла по НД [2].

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.10.2 *Проведение анализа*

В две пробирки вместимостью 45 см^3 вносят по 10 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно по стенке пробирки приливают по 0,2 см^3 спиртового раствора салицилового альдегида. Затем в одну пробирку приливают 5 см^3 анализируемой водки или дистиллята, в другую — 5 см^3 соответствующего типового раствора для определения сивушного масла. Пробирки закрывают пробками, содержимое их энергично перемешивают и выдерживают в течение 20 мин при комнатной температуре. Образовавшуюся окраску водки визуально сравнивают на белом фоне с окраской соответствующего типового раствора сивушного масла или на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм при светофильтре с длиной световой волны 540 нм.

Окраска испытуемого раствора должна совпадать с окраской типового раствора или быть менее интенсивной.

Содержание сивушного масла в водке рекомендуется определять после предварительной ее перегонки.

Допускается проводить определение сивушного масла не более чем в шести образцах одновременно.

4.11 Определение массовой концентрации сложных эфиров

Метод основан на титриметрическом определении сложных эфиров путем омыления их щелочью после предварительной нейтрализации содержащихся в водке кислот.

4.11.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения не ниже 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер по нормативной документации.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Бюретка 1—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-2—500—29/32 ТХС, К-2—500—34 ТХС или П—2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 3—200—2 по ГОСТ 1770.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336.

Пипетка 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Трубка с натронной известью.

Холодильники ХШ-1—400—19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, водный раствор с массовой долей 10 %.

Бромтимоловый синий (индикатор) по НД [3]; 0,1 г индикатора растворяют в 100 см^3 этилового спирта с объемной долей 20 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ос. ч. по ГОСТ 14262, раствор c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 и c (NaOH) = = 0,05 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.11.2 *Проведение анализа*

К 200 см^3 анализируемой водки прибавляют 10 см^3 водного раствора хлористого бария и подвергают перегонке в перегонной установке по 4.7.2 (см. рисунок).

Дистиллят, полученный в количестве, несколько большем 150 см^3, доводят дистиллированной водой до 200 см^3 (дистилляты водок крепостью выше 40 % разбавляют до 40 % дистиллированной водой), помещают в круглодонную или плоскодонную колбу вместимостью 500 см^3 с пришлифованным шариковым холодильником и кипятят в течение 15 мин. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, закрывая верхнюю часть холодильника трубкой с периодически обновляемой натронной известью. К содержимому колбы добавляют 10 капель раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм^3 до появления не исчезающей при взбалтывании в течение 1—2 мин голубой окраски.

После нейтрализации к содержимому колбы прибавляют 10 см^3 раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 и кипятят в колбе, соединенной с обратным холодильником, в течение 1 ч. После охлаждения до комнатной температуры при закрытой верхней части холодильника трубкой с периодически обновляемой натронной известью в колбу приливают 10 см^3 раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3, перемешивают и оттитровывают избыток кислоты раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм^3.

4.11.3 *Обработка результатов*

Массовую концентрацию сложных эфиров X, мг/дм^3, в пересчете на уксусноэтиловый эфир, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 8{,}8 \cdot 5 \cdot 100}{c},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на омыление 200 см^3 анализируемой водки, см^3;

8,8 — масса уксусноэтилового эфира, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, мг;

5 — коэффициент пересчета на 1 дм^3 водки;

$\frac{100}{c}$ — коэффициент пересчета на безводный спирт;

где c — крепость водки, %.

Объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на омыление сложных эфиров в 200 см³ анализируемой водки, V_1 вычисляют по формуле

$$V_1 = \left(10 + \frac{V_2}{2}\right) K - 10,$$

где V_2 — объем раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка серной кислоты, см³;

10 — объем раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ и серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³, см³;

K — поправочный коэффициент к раствору гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³.

При установлении поправочного коэффициента к раствору гидроокиси натрия c (NaOH) = = 0,1 моль/дм³ в раствор, полученный после определения сложных эфиров, вносят по 10 см³ растворов гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ и серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = = 0,1 моль/дм³. Избыток кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм³.

Поправочный коэффициент к раствору K, концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{10 + \frac{V_3}{2}},$$

где V_3 — объем раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка серной кислоты, см³;

10 — объем раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ и серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³.

Раствор гидроокиси натрия следует готовить с поправочным коэффициентом 0,97—0,99.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Расхождение между каждым измерением и средним арифметическим значением не должно превышать меньшего значения при доверительной вероятности P = 0,95.

4.12 Определение объемной доли метилового спирта

Метод основан на реакции окисления метилового спирта марганцовокислым калием и серной кислотой с образованием формальдегида, образующего окраску в результате взаимодействия с фуксинсернистым реактивом II.

4.12.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения не ниже 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер по нормативному документу.

Штатив для пробирок.

Бюретка 1—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1—1—2—0,5, 1—1—2—1 и 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см³ с пришлифованными пробками.

Склянки с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ и из темного стекла вместимостью 500 см³.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204, выдерживающая пробу Саваля, или ос. ч. по ГОСТ 14262, концентрированная и разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Кислота щавелевая х. ч. по ГОСТ 22180, насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 1 %.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195, раствор с массовой долей 20 %.

Фуксинсернистый реактив II по НД [2].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Типовые спиртовые растворы для определения метилового спирта по НД [2].

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.12.2 *Проведение анализа*

В одну пробирку с пришлифованной пробкой помещают 0,2 см^3 дистиллята анализируемой водки, полученного при определении крепости водки, а в другую 0,2 см^3 соответствующего типового раствора метилового спирта, затем в каждую пробирку приливают по 5 см^3 раствора марганцовокислого калия с объемной долей 1 % и по 0,4 см^3 раствора серной кислоты (плотность 1,830 г/см^3), разбавленной в два раза дистиллированной водой. Пробирки закрывают пробками, их содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 3 мин.

Затем в каждую пробирку приливают по 1 см^3 насыщенного раствора щавелевой кислоты или раствора сернистокислого натрия с массовой долей 20 % и перемешивают. Когда жидкость в пробирках приобретет светло-желтую окраску, из бюретки приливают по 1 см^3 концентрированной серной кислоты (плотность 1,830 г/см^3) и после обесцвечивания раствора добавляют по 5 см^3 фуксинсернистого реактива II. Содержимое пробирок перемешивают, выдерживают в течение 35 мин при комнатной температуре и сравнивают окраску растворов. Окраска испытуемой водки должна совпадать с окраской соответствующего типового раствора метилового спирта или быть менее интенсивной.

Для анализа водок, приготовленных из спирта «Экстра», используют типовой раствор с объемной долей метилового спирта 0,03 %, высшей очистки и 1-го сорта — 0,05 % в пересчете на безводный спирт.

5 ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ВОДКАХ

Методы определения альдегидов, сивушного масла, метилового спирта и сложных эфиров в водках основаны на фотоэлектроколориметрическом измерении интенсивности окрасок, образующихся в результате реакции указанных примесей со специфическими реактивами. По интенсивности окрасок судят о массовой концентрации примесей.

Методы применяют при контроле качества продукции, а также при возникновении разногласий в оценке качества.

5.1 Метод определения массовой концентрации альдегидов

Метод основан на фотоэлектроколориметрическом измерении оптической плотности испытуемого раствора после реакции присутствующих в анализируемой водке альдегидов с пирогаллолом в сернокислой среде.

5.1.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения не ниже 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативной документации.

Секундомер по нормативному документу.

Термометры жидкостные стеклянные с ценой деления 0,1 или 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Штатив для пробирок.

Колба 2—100—1 или 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—1—2—1, 1—1—2—2 и 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см^3 с пришлифованными пробками.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204, выдерживающая пробу Саваля, или ос. ч. по ГОСТ 14262, концентрированная.

Пирогаллол А, ч. д. а. по НД [4], водный раствор с массовой долей 0,1 % свежеприготовленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.1.2 *Подготовка к анализу*

5.1.2.1 Водки, содержащие сахар, и водку «Посольская» перед анализом предварительно подвергают перегонке, как указано в 4.7.2. В дистилляте определяют содержание альдегидов.

5.1.2.2 *Приготовление водного раствора пирогаллола с массовой долей 0,1 %*

Навеску пирогаллола массой (0,100±0,005) г растворяют при помешивании в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 на кипящей водяной бане, охлаждают до температуры 20 °С, доводят объем полученного раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.1.3 *Проведение анализа*

В пробирку с пришлифованной пробкой вносят 2 см^3 концентрированной серной кислоты, затем осторожно по стенке пробирки приливают 5 см^3 анализируемой водки и 1,5 см^3 водного раствора пирогаллола, не допуская смешивания этих растворов. Пробирку закрывают пробкой, содержимое перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 5 мин. Затем пробирку помещают в проточную холодную воду и охлаждают до комнатной температуры.

В результате проведенной реакции образуется комплексное соединение светло-желтой окраски, интенсивность которой измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при светофильтре с длиной световой волны 440 нм в сравнении с дистиллированной водой.

5.1.4 Полученные после колориметрирования значения оптических плотностей не должны быть ниже 0,120. Значения оптических плотностей ниже 0,120 свидетельствуют об использовании химических реактивов низкого качества, применение которых не допускается.

Массовую концентрацию альдегидов в анализируемой водке, $c_{ал}$, мг/дм^3 безводного спирта, вычисляют по формуле

$$c_{ал} = AD - A_1,$$

где D — оптическая плотность;

A и A_1 — коэффициенты, полученные экспериментально для каждой марки фотоэлектроколориметра и каждой партии применяемых реактивов в соответствии с приложением 1.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Расхождение между каждым измерением и средним арифметическим значением не должно превышать 5,0 % среднего значения при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.1.5 **(Исключен, Изм. № 1).**

5.2 Метод определения массовой концентрации сивушного масла

Метод основан на фотоэлектроколориметрическом измерении оптической плотности исследуемого окрашенного раствора, полученного после реакции присутствующих в водке высших спиртов с салициловым альдегидом в присутствии концентрированной серной кислоты.

5.2.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Ареометр стеклянный для спирта по ГОСТ 18481.

Баня водяная.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативному документу.

Секундомер по нормативному документу.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления 0,1 или 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Штатив для пробирок.

Пипетки 1—1—2—1, 1—2—2—5 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 45 см^3 с пришлифованными пробками.

Цилиндр — 1—50/335 по ГОСТ 18481 или 1—500 по ГОСТ 1770.

Спиртовой раствор салицилового альдегида с объемной долей 1 % по НД [2].

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204, выдерживающая пробу Саваля, или ос. ч. по ГОСТ 14262, концентрированная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.2.2 *Подготовка к анализу*

Водки, содержащие различные добавки, предварительно перед проведением анализа подвергают перегонке, как указано в 2.8.3. Полученный дистиллят используют для анализа.

Массовую концентрацию сивушного масла определяют в водно-спиртовом растворе с объемной долей спирта 40 %.

5.2.2.1 *Приготовление водно-спиртовых растворов*

Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до необходимой концентрации при температуре 20 °С.

Объем исходной водки V_4 в кубических сантиметрах, который следует смешать с дистиллированной водой, чтобы получить необходимый объем водно-спиртового раствора, вычисляют по формуле

$$V_4 = \frac{V_5 X_1}{c_1},$$

где V_5 — объем, который необходимо приготовить, см^3;

X_1 — необходимая концентрация водно-спиртового раствора, %;

c_1 — исходная крепость водки, %.

Крепость полученного водно-спиртового раствора измеряют ареометром для спирта в цилиндре вместимостью 500 см^3.

5.2.3 *Проведение анализа*

10 см^3 концентрированной серной кислоты вносят в пробирку с пришлифованной пробкой, осторожно по стенке пробирки приливают 5 см^3 анализируемой водки с таким расчетом, чтобы не происходило смешения обеих жидкостей, а образовывались два слоя. Затем приливают 0,7 см^3 спиртового раствора салицилового альдегида, пробирку закрывают пробкой, содержимое энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем пробирку погружают в проточную холодную воду (или водяную баню со льдом) для быстрого охлаждения реакционной смеси до комнатной температуры (20±5) °С. Интенсивность образовавшейся в результате реакции желтой окраски измеряют не позднее чем через 5 мин на фотоэлектроколориметре ФЭК-56М или КФК-2 при светофильтре с длиной световой волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм в сравнении с дистиллированной водой.

5.2.4 *Обработка результатов*

Для расчета содержания сивушного масла следует внести поправку на присутствующие в водке альдегиды, также реагирующие с салициловым альдегидом. Для этого из полученного после колориметрирования значения оптической плотности следует вычесть расчетное значение оптической плотности, соответствующее тому количеству альдегидов, которое определено в анализируемой водке и рассчитано по уравнениям, указанным в 5.1.4. Эти значения оптических плотностей приведены в таблице 3.

Таблица 3

Массовая концентрация альдегидов в водке, в пересчете на уксусный альдегид, мг/дм^3 безводного спирта	Расчетная оптическая плотность по фотоэлектроколориметру		Массовая концентрация альдегидов в водке, в пересчете на уксусный альдегид, мг/дм^3 безводного спирта	Расчетная оптическая плотность по фотоэлектроколориметру	
	ФЭК-56М	КФК-2		ФЭК-56М	КФК-2
2,0	0,010	0,015	7,0	0,060	0,075
2,5	0,015	0,020	7,5	0,065	0,080
3,0	0,020	0,025	8,0	0,070	0,085
4,0	0,030	0,040	8,5	0,075	0,090
5,0	0,040	0,050	9,0	0,080	0,100
6,0	0,050	0,060	10,0	0,090	0,110

Полученные после вычитания расчетных значений оптических плотностей результаты используют для расчета массовой концентрации сивушного масла — $c_{с\,м}$ в испытуемой водке, мг/дм³ безводного спирта, по формуле

$$c_{с\,м} = KD - K_1,$$

где D — оптическая плотность;

K и K_1 — коэффициенты, полученные экспериментально для каждой марки фотоэлектроколориметра и каждой партии применяемых реактивов в соответствии с приложением 2.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Расхождение между каждым измерением и средним арифметическим значением не должно превышать 5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.5 **(Исключен, Изм. № 1).**

5.3 Метод определения массовой концентрации сложных эфиров

Метод основан на фотоэлектроколориметрическом измерении интенсивности окраски, полученной после реакции хлористого железа с гидроксамовой кислотой, образующейся в результате взаимодействия сложных эфиров водки с гидроксиламином в щелочной среде.

5.3.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения не ниже 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативному документу.

Секундомер по нормативному документу.

Термометры жидкостные стеклянные с ценой деления 0,1 или 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Воронка по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—2—2—5, 1—2—2—10 и 1—2—2—25 по ГОСТ 29227.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—25, 1—250 и 1—500 по ГОСТ 1770.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор концентрации 2 моль/дм³.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор c ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) = 0,37 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор c (HCl) = 4 моль/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 3,5 моль/дм³.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.3.2 *Подготовка к анализу*

5.3.2.1 *Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина концентрации 2 моль/дм³*

Навеску солянокислого гидроксиламина массой (69,60±0,01) г растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³ в 200 см³ дистиллированной воды и ее объем доводят до метки. Полученный раствор перемешивают и хранят в холодильнике не более 30 сут.

5.3.2.2 *Приготовление раствора соляной кислоты с (HCl) = 4 моль/дм³*

500 см³ дистиллированной воды вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, постепенно при постоянном перемешивании приливают 333 см³ концентрированной соляной кислоты. Полученный раствор перемешивают, охлаждают до температуры 20 °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и снова перемешивают.

5.3.2.3 *Приготовление раствора хлористого железа с ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) = = 0,37 моль/дм³*

Навеску хлористого железа массой (50,00 ± 0,01) г растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³ в 400 см³ дистиллированной воды, добавляют 12,5 см³ раствора соляной кислоты c (HCl) = 4 моль/дм³, перемешивают, доводят объем до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. При хранении раствора может образоваться осадок, который необходимо отфильтровать.

5.3.2.4 *Приготовление раствора гидроокиси натрия с (NaOH) = = 3,5 моль/дм³*

Навеску гидроокиси натрия массой (70,00±0,01) г растворяют в 400 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см³, охлаждают до температуры 20 °С, доводят объем колбы дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

5.3.2.5 Приготовление раствора реакционной смеси

Перед проведением испытания готовят исходный раствор реакционной смеси, смешивая равные объемы раствора гидроксиламина солянокислого концентрации 2 моль/дм³ и раствора гидроокиси натрия *с* (NaOH) = 3,5 моль/дм³, учитывая, что на проведение анализа одного образца испытуемой водки расходуется 24 см³ смеси. Полученную реакционную смесь перемешивают и используют для анализа в течение 6 ч с момента приготовления.

5.3.3 *Проведение анализа*

Для проведения анализа требуется приготовление испытуемых растворов А и Б.

В две конические колбы вместимостью 50 см³ вносят по 6 см³ реакционной смеси. Затем в одну из колб приливают 3 см³ раствора соляной кислоты и перемешивают в течение 1 мин. Содержимое этой колбы — раствор Б. Содержимое второй колбы — раствор А.

В обе колбы приливают по 18 см³ анализируемой водки и одновременно осторожно перемешивают круговыми движениями в течение 2 мин.

Во вторую колбу с раствором А приливают 3 см³ раствора соляной кислоты и также перемешивают в течение 1 мин.

В обе колбы добавляют по 3 см³ раствора хлористого железа и одновременно перемешивают их содержимое вышеописанным способом в течение 1 мин.

Интенсивность образовавшейся окраски анализируемого раствора А измеряют в сравнении с раствором Б на фотоэлектроколориметре при светофильтре с длиной световой волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Массовую концентрацию сложных эфиров в водке, содержащей сахара со свободным гликозидным гидроксилом (глюкоза, лактоза и т. д.) определяют только в дистилляте после предварительной ее перегонки.

5.3.4 *Обработка результатов*

Полученное значение оптической плотности используют для определения количества сложных эфиров в водке.

Массовую концентрацию сложных эфиров $c_{эф}$ в водке, мг/дм³ безводного спирта, вычисляют по формуле

$$c_{эф} = \frac{D \cdot 100}{0{,}0256c},$$

где D — оптическая плотность;

0,0256 — постоянный коэффициент, полученный экспериментально;

c — крепость водки, %.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Расхождение между каждым измерением и средним арифметическим значением не должно превышать 5 % среднего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

5.4 Метод определения объемной доли метилового спирта

Метод основан на фотоэлектроколориметрическом измерении интенсивности окраски, получающейся после взаимодействия динатриевой соли хромотроповой кислоты с формальдегидом, образующимся в результате реакции окисления метилового спирта, содержащегося в анализируемой водке, марганцовокислым калием.

5.4.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения не ниже 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативному документу.

Секундомер по нормативному документу.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления 0,1 или 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Штатив для пробирок.

Колбы 2—50—2, 2—100—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—1—2—0,5, 1—1—2—2 и 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см^3 с пришлифованными пробками.

Склянки из темного стекла вместимостью 100 и 500 см^3 с пришлифованными пробками.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50, 1—250 по ГОСТ 1770.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, водный раствор с массовой долей 1 %.

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204, выдерживающая пробу Саваля, или ос. ч. по ГОСТ 14262, концентрированная и разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, водный раствор с массовой долей 20 %.

Хромотроповой кислоты динатриевая соль, 2-водная, ч. д. а. по НД [5], водный раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4.2 *Подготовка к анализу*

Водки, содержащие сахар, а также водку «Посольская» предварительно подвергают перегонке, как указано в 4.7.2. В дистилляте определяют объемную долю метилового спирта.

5.4.2.1 *Приготовление водного раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты с массовой долей 10 %*

Навеску динатриевой соли хромотроповой кислоты массой (5,000±0,005) г растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 50 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Реактив следует хранить в склянке с пришлифованной пробкой в холодильнике не более 2 сут.

5.4.2.2 *Приготовление водного раствора марганцовокислого калия с массовой долей 1 %*

Навеску марганцовокислого калия массой (5,000±0,005) г растворяют в 100—150 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученный раствор переносят в склянку из темного стекла с пришлифованной пробкой и используют для анализа не ранее чем через 2 сут.

5.4.2.3 *Приготовление водного раствора сернистокислого натрия с массовой долей 20 %*

Навеску сернистокислого натрия массой (20,00±0,01) г растворяют при нагревании на кипящей водяной бане в 50 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3, охлаждают до (20±0,2) °С, и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

5.4.3 *Проведение анализа*

В одну пробирку с пришлифованной пробкой вносят 0,2 см^3 анализируемой водки (опытная проба), а в другую — 0,2 см^3 дистиллированной воды (контрольная проба). Затем в каждую пробирку приливают по 5 см^3 раствора марганцовокислого калия с массовой долей 1 % и по 0,4 см^3 серной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1. Содержимое пробирок перемешивают и ровно через 3 мин приливают при помешивании в каждую по 0,8 см^3 водного раствора сернистокислого натрия с массовой долей 20 %.

Когда жидкости в пробирках приобретут светло-желтую окраску, отбирают из каждой по 2 см^3 реакционной смеси в две другие пробирки, в которые предварительно налито по 5 см^3 концентрированной серной кислоты и по 0,5 см^3 водного раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты с массовой долей 10 %. Содержимое пробирок перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 30 мин.

Затем пробирки помещают в проточную холодную воду и охлаждают до комнатной температуры.

Интенсивность образовавшейся в результате проведенной реакции окраски измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине световой волны 590 нм.

5.4.4 Полученные после колориметрирования значения оптических плотностей не должны быть ниже 0,120. Значения оптических плотностей ниже 0,120 свидетельствуют об использовании химических реактивов низкого качества, применение которых не допускается.

Объемную долю метилового спирта в анализируемой водке $c_{мет}$, %, вычисляют по формуле

$$c_{мет} = MD - M_1,$$

где D — оптическая плотность;

M и M_1 — коэффициенты, полученные экспериментально для каждой марки фотоэлектроколориметра и каждой партии применяемых реактивов в соответствии с приложением 3.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Расхождение между каждым измерением и средним арифметическим значением не должно превышать 5 % среднего значения при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4.5 **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
(обязательное)

ПРОВЕРКА ПРАВИЛЬНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЛЬДЕГИДОВ

При несоответствии полученного количества альдегидов нормативному, а также для каждого фотоэлектроколориметра и партии используемых реактивов следует составлять градуировочный график. На основании градуировочного графика составляют уравнение для расчета массовой концентрации альдегидов в водке.

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика используют типовые спиртовые растворы по НД [2] с содержанием альдегидов 2, 3, 6 и 8 мг в 1 дм^3 безводного спирта.

Проводят колориметрическую реакцию этих растворов с водным раствором пирогаллола в присутствии концентрированной серной кислоты по прописи, изложенной в 5.1.3.

По полученным после колориметрирования результатам строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптических плотностей, а на оси абсцисс — соответствующие этим значениям количества альдегидов (мг в 1 дм^3 безводного спирта).

Оптическую плотность каждого раствора определяют не менее трех раз и из полученных значений находят среднее арифметическое.

Зависимость между оптической плотностью и массовой концентрацией альдегидов в исследуемых растворах на градуировочном графике должна быть прямолинейной.

Составление уравнения для расчета массовой концентрации альдегидов ($c_{ал}$) в водке

Уравнение прямой, полученной на градуировочном графике, имеет вид $X = ay + b$ (1), т. е. в данном случае для оптической плотности D: $c_{ал} = aD + b$ (1). Для определения неизвестных параметров a и b следует составить четыре уравнения для четырех значений $c_{ал}$ и соответствующих им значений оптической плотности D:

$c_{ал}$, мг	2,0;	3,0;	6,0;	8,0
D	0,155;	0,205;	0,344;	0,440

Эти уравнения объединяют по два и складывают:

$2 = 0,155a + b$	$6 = 0,344a + b$
$3 = 0,205a + b$	$8 = 0,440a + b$
$5 = 0,360a + 2b$	$14 = 0,784a + 2b$

Определяют коэффициенты a и b:

$$14 = 0{,}784a + 2b$$
$$5 = 0{,}360a + 2b$$
$$9 = 0{,}424a \qquad a \approx 21{,}21.$$

Подставляют значение a в одно из уравнений и находят значение b:

$$5 = 0{,}360 \cdot 21{,}21 + 2b; \qquad b \approx -1{,}30.$$

Подставляют полученные значения коэффициентов a и b в уравнение (1) и получают расчетное уравнение

$$c_{ал} = 21{,}21D - 1{,}30,$$

где D — оптическая плотность.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(обязательное)

ПРОВЕРКА ПРАВИЛЬНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СИВУШНОГО МАСЛА

При несоответствии полученного количества сивушного масла нормативному, а также для каждого фотоэлектроколориметра и партии используемых реактивов следует составлять градуировочный график. На основании градуировочного графика составляют уравнение для расчета массовой концентрации сивушного масла в водке.

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика используют типовые спиртовые растворы по НД[2] с содержанием сивушного масла 2, 3 и 4 мг в 1 дм^3 безводного спирта.

Проводят колориметрическую реакцию этих растворов со спиртовым раствором салицилового альдегида в присутствии концентрированной серной кислоты по прописи, изложенной в 5.2.3.

По полученным после колориметрирования результатам строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптических плотностей, а на оси абсцисс — соответствующие этим значениям количества сивушного масла (мг в 1 дм^3 безводного спирта).

Оптическую плотность каждого раствора определяют не менее трех раз и из полученных значений находят среднее арифметическое.

Зависимость между оптической плотностью и количеством сивушного масла в исследуемых растворах на градуировочном графике должна быть прямолинейной.

Составление уравнения для расчета массовой концентрации сивушного масла ($c_{с\,м}$) в водке проводят аналогично описанному для альдегидов в приложении 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
(обязательное)

ПРОВЕРКА ПРАВИЛЬНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ МЕТИЛОВОГО СПИРТА

При несоответствии полученного количества метилового спирта нормативному, а также для каждого фотоэлектроколориметра и партии используемых реактивов следует составлять градуировочный график. На основании градуировочного графика составляют уравнение для расчета объемной доли метилового спирта в водке.

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика используют типовые водно-спиртовые растворы, предназначенные для анализа водок, по НД [2] с объемной долей метилового спирта 0,03; 0,05 и 0,13 % в пересчете на безводный спирт.

Проводят химическую реакцию этих растворов с раствором марганцовокислого калия и серной кислотой, а затем с раствором динатриевой соли хромотроповой кислоты по прописи, изложенной в 5.4.3.

По полученным после колориметрирования результатам строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптических плотностей, а на оси абсцисс — соответствующую этим значениям объемную долю метилового спирта (% в пересчете на безводный спирт). Оптическую плотность каждого раствора определяют не менее трех раз и из полученных значений находят среднее арифметическое.

Зависимость между оптической плотностью и объемной долей метилового спирта в исследуемых растворах на градуировочном графике должна быть прямолинейной.

Составление уравнения для расчета объемной доли метилового спирта ($c_{мет}$) проводят аналогично описанному для альдегидов в приложении 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 6—09—5169—84	Метиловый красный
[2] ТУ 10—00334586—39—93	Растворы типовые — СОП. Технические условия
[3] ТУ 6—09—2086—77 или ТУ 6—09—4530—77	Бромтимоловый синий
[4] ТУ 6—09—5319—90	Пирогаллол А. Технические условия
[5] ТУ 6—09—05—1371—88	Хромотроповой кислоты динатриевая соль 2-водная. Технические условия

УДК 663.5:543.06:006.354 Н79 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: водка, отбор проб, правила приемки, методы анализа, полнота налива, органолептические показатели, цвет и прозрачность, вкус и запах, крепость, щелочность, примеси, альдегиды, сивушное масло, сложные эфиры, метиловый спирт, фотоэлектроколориметрический метод

Группа Н79

Изменение № 2 ГОСТ 5363—93 Водка. Правила приемки и методы анализа

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28.05.99)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3303

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Раздел «Содержание». Исключить слова: «Приложение 3. Проверка правильности определения объемной доли метилового спирта».

Раздел 2 дополнить ссылкой: «ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия».

Пункты 5.4—5.4.2.3 изложить в новой редакции:

«5.4 Метод определения объемной доли метилового спирта

Метод обеспечивает получение результатов анализа водки в диапазоне объемной доли метилового спирта от 0,01 до 0,05 % (в пересчете на безводный спирт) с абсолютной погрешностью, не превышающей 0,006 % (при $P = 0,95$).

Метод основан на окислении метилового спирта в среде ортофосфорной кислоты марганцовокислым калием до формальдегида, который обра-

(Продолжение см. с. 40)

зует с динатриевой солью хромотроповой кислоты соединение сиреневой окраски.

Интенсивность окраски измеряют на фотоэлектроколориметре.

5.4.1 *Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более ± 10 мг.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный по НД.

Термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения 0—100 °С и ценой деления шкалы 0,1 или 0,5 °С.

Стандартные образцы. Растворы типовые с объемной долей метилового спирта 0,004, 0,012 и 0,02 % в 40 % спирте или 0,01, 0,03 и 0,05 % в пересчете на безводный спирт по НД [2].

Электроплитка по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Баня водяная.

Секундомер по НД.

Штатив для пробирок.

Пробирки вместимостью 25 $см^3$ с пришлифованными стеклянными пробками по ГОСТ 25336.

Склянки из темного стекла вместимостью 500 $см^3$.

Колбы 2—50—2, 2—100—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—1—2—1, 1—1а—2—1 и 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Бюретка 1—1—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Кислота серная по ГОСТ 24262, ос.ч., или по ГОСТ 4204, х.ч., выдерживающая пробу Саваля.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч.д.а., х.ч.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, водный раствор с массовой долей 20 %.

Динатриевая соль хромотроповой кислоты 2-водная, ч.д.а. по НД [5], водный раствор с массовой долей 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использовать другие средства измерений, оборудование, материалы и реактивы, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

(Продолжение см. с. 41)

5.4.2 *Подготовка к анализу*

5.4.2.1 *Приготовление водного раствора марганцовокислого калия с массовой долей 1,5 % в кислой среде*

Навеску марганцовокислого калия (1,50 ± 0,01) г растворяют при нагревании в водяной бане в 50 см³ дистиллированной воды, добавляют 7,5 см³ ортофосфорной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в темной склянке.

5.4.2.2 *Приготовление водного раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты с массовой долей 2 %*

Навеску динатриевой соли хромотроповой кислоты (1,00 ± 0,01) г растворяют в 25 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой при 20 °С. При наличии нерастворимых частиц раствор фильтруют. Хранят в посуде с пришлифованной пробкой в холодильнике. Раствор, приготовленный по НД [5], хранят не более 5 сут; раствор, приготовленный из реактивов с содержанием основного вещества не ниже 95 % (например, фирмы «Fluka» и др.), хранят не более 14 сут.

5.4.2.3 *Приготовление водного раствора сернистокислого натрия с массовой долей 20 %*

Навеску сернистокислого натрия (20,00 ± 0,01) г растворяют при температуре не выше 40 °С в 70—80 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, охлаждают до 20 °С и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой».

Пункт 5.4.3 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 5.4.3.1—5.4.3.4:

«5.4.3 *Проведение анализа*

5.4.3.1 *Получение градуировочной характеристики типовых растворов по 5.4.1*

5.4.3.1.1 В пробирки с пришлифованной пробкой наливают по 2 см³ раствора марганцовокислого калия, в каждую пробирку добавляют по 0,2 см³ одного из типовых растворов, сразу же содержимое пробирок перемешивают и засекают время для выдержки в течение точно 3 мин, по окончании выдержки вносят по 0,4 см³ сернистокислого натрия для обесцвечивания реакционной среды и перемешивают. Затем добавляют по 4 см³ концентрированной серной кислоты, тотчас перемешивают и помещают примерно на 2 мин в баню с холодной водой для охлаждения до комнатной температуры, после чего в каждую пробирку наливают по 0,1 см³ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты. Содержимое пробирок перемешивают и помещают в баню с кипящей водой на 5 мин.

(Продолжение см. с. 42)

Затем пробирки вынимают и охлаждают до комнатной температуры в бане с холодной водой. Оптическую плотность полученных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине световой волны 540 нм в сравнении с дистиллированной водой.

Анализ типового раствора проводят не менее трех раз.

5.4.3.1.2 Получают зависимость оптической плотности от объемной доли метилового спирта (градуировочную характеристику).

Объемную долю метилового спирта, $C_{мет}$, %, вычисляют по формуле

$$C_{мет.} = МД - M_1,$$

где M и M_1 — коэффициенты, определяемые по экспериментальным данным методом наименьших квадратов, для каждой марки фотоэлектроколориметра и каждой партии применяемых реактивов;

$Д$ — оптическая плотность.

Градуировочную характеристику допускается представлять в виде графика, откладывая на оси ординат значения оптических плотностей, а на оси абсцисс — объемную долю метилового спирта.

5.4.3.2 *Исследование анализируемого образца водки*

5.4.3.2.1 Анализ проводят по 5.4.3.1.1, но вместо 0,2 см^3 типового раствора используют 0,2 см^3 анализируемого образца.

5.4.3.2.2 При разногласиях и в случае предельного содержания объемной доли метилового спирта в анализируемом образце по отношению к нормированному показателю в типовом растворе (0,03 или 0,05 %) испытание анализируемого образца необходимо проводить одновременно с построением градуировочной характеристики в виде графика при использовании одних и тех же реактивов, кипячения и охлаждения растворов в одной бане.

5.4.3.2.3 *Обработка результатов исследования анализируемого образца*

Объемную долю метилового спирта в водке находят по формуле (5.4.3.1.2) или градуировочному графику. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных оп-

(Продолжение см. с. 43)

ределений $C_{мет.1}$ и $C_{мет.2}$, если расхождение между ними не превышает норматив оперативного контроля сходимости d (таблица 5): $C_{мет.1} - C_{мет.2} \leq d$.

Таблица 5

Диапазон допускаемой объемной доли метилового спирта, % (в пересчете на безводный спирт)	Нормативы оперативного контроля объемной доли метилового спирта, %		
	Сходимость d, при $n = 2$, $P = 0,95$	Воспроизводимость D, при $m = 2$, $P = 0,95$	Погрешность K, при $P = 0,95$ (метод добавок)
0,010—0,050	0,003	0,006	0,009

5.4.3.3 Водки, содержащие добавки, подвергают перегонке. Полученный дистиллят используют для анализа.

5.4.3.4 Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до 40 % при температуре 20 °С».

Пункт 5.4.4 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 5.4.4.1, 5.4.4.2:

«5.4.4 *Контроль точности результатов*

5.4.4.1 *Оперативный контроль воспроизводимости*

Образцами для контроля являются пробы водки, отобранные по разделу 4.

Две параллельные пробы анализируют в точном соответствии с методикой (5.4.3), получая два результата $\left(\overline{C}_{мет.3} - \overline{C}_{мет.4}\right)$ в условиях внутрилабораторной воспроизводимости, с применением разных партий реактивов, различных наборов мерной посуды, в разное время, разными лаборантами.

Расхождения между двумя результатами не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, D: $\left(\overline{C}_{мет.3} - \overline{C}_{мет.4} \leq D\right)$, который приведен в таблице 5.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

(Продолжение см. с. 44)

5.4.4.2 *Оперативный контроль погрешности*

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок. Отбирают две пробы анализируемого продукта. Одну пробу анализируют в точном соответствии с методикой (5.4.3) и получают результат анализа рабочей пробы $\overline{C}_{\text{мет. 5}}$. Во вторую пробу добавляют известное количество метилового спирта (содержание метилового спирта с добавкой не должно превышать верхней границы диапазона измерения). Пробы с добавкой анализируют по 5.4.3 и получают результат анализа $\overline{C}_{\text{мет. 6}}$, который считается удовлетворительным, если соблюдается условие: $\overline{C}_{\text{мет. 6}} - \overline{C}_{\text{мет. 5}} - X \leq K$,

где X — содержание добавки (объемная доля метилового спирта), %,

K — норматив оперативного контроля погрешности (таблица 5).

При смене реактивов проведение контроля погрешности обязательно. При превышении указанного норматива анализ повторяют с использованием другой реальной пробы. При повторном несоответствии полученных результатов нормативу погрешности K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их».

Приложение 3 исключить.

Приложение 4. Заменить ссылку: «[2] ТУ 10—00334586—39—93 Растворы типовые — СОП. Технические условия» на «[2] ТУ 9181—122—000080——64—97 Стандартные образцы (ОСО). Растворы типовые. Технические условия».

(ИУС № 10 1999 г.)

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *Л Я Митрофанова*
Компьютерная верстка *А Г Хоменко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 14 08 98 Подписано в печать 02 10 98 Усл печ л 2,79 Уч -изд л 2,04
Тираж 377 экз С 1175 Зак 1580

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru