МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ

ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

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 ликероводочная 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 апреля 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан

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 Беларуси
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

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28 мая 1999 г.)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21 июля 1994 г. № 196 межгосударственный стандарт ГОСТ 5964—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5964—82

5 ИЗДАНИЕ (сентябрь 2005 г.) с Изменениями № 1, 2, принятыми в апреле 1998 г., августе 1999 г. (ИУС 8—98, 10—99)

© Издательство стандартов, 1993
© Стандартинформ, 2005

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Правила приемки 2
4 Отбор проб 2
5 Методы анализа 2
5.1 Определение полноты налива 2
5.2 Определение органолептических показателей 2
5.2.1 Определение цвета и прозрачности 3
5.2.2 Определение вкуса и запаха 3
5.3 Определение концентрации этилового спирта 3
5.4 Определение чистоты 3
5.5 Определение наличия фурфурола 3
5.6 Определение окисляемости 4
5.7 Определение массовой концентрации альдегидов 4
5.8 Определение массовой концентрации сивушного масла 5
5.9 Определение массовой концентрации кислот 5
5.10 Определение массовой концентрации сложных эфиров 6
5.11 Определение объемной доли метилового спирта 7
6 Фотоэлектроколориметрические методы определения примесей в спирте 8
6.1 Метод определения массовой концентрации альдегидов 8
6.2 Метод определения массовой концентрации сивушного масла 9
6.3 Метод определения массовой концентрации сложных эфиров 11
6.4 Метод определения объемной доли метилового спирта 13
7 Требования безопасности 16
Приложение 1 Проверка правильности определения массовой концентрации альдегидов 17
Приложение 2 Проверка правильности определения массовой концентрации сивушного масла . 18
Приложение 3 Исключено 18
Приложение 4 Библиография 19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ

Правила приемки и методы анализа

Ethanol. Acceptance rules and test methods

Дата введения 1995—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на этиловый спирт-сырец, ректификованный и питьевой и устанавливает правила приемки и методы анализа.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 12.4.122—83 Система стандартов безопасности труда. Коробки фильтрующе-поглощающие для промышленных противогазов. Технические условия

ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

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

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

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5363—93 Водка. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5819—78 Анилин. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

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

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

Издание официальное

3 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1 Спирт принимают партиями. Партией считают количество спирта одного наименования, одной даты розлива, оформленное одним документом о качестве установленной формы.

3.1.1 Документ о качестве должен содержать:

1) наименование предприятия-изготовителя и его местонахождение;
2) наименование спирта и состав исходного сырья;
3) количество спирта в партии, дал;
4) дату выдачи документа о качестве;
5) результаты анализа;
6) обозначение нормативного документа на спирт.

3.2 При транспортировании в цистернах каждую цистерну принимают за партию.

3.3 Проверке соответствия упаковки, маркировки требованиям нормативной документации подвергают каждую бутыль, бочку, бидон и цистерну.

3.4 Для проверки качества спирта отбирают от партии 10 % бутылей, бочек и бидонов, но не менее трех.

Для проверки качества спирта, разлитого в бутылки, выборку производят по ГОСТ 5363.

3.5 Спирт, транспортированный в цистернах и предназначенный для длительного хранения органами Госкомрезерва, при приемке подлежит проверке по органолептическим показателям и концентрации.

3.6 При получении неудовлетворительных результатов органолептических и физико-химических анализов хотя бы по одному из показателей проводят повторные анализы на удвоенной выборке от той же партии.

Результаты повторных анализов распространяют на всю партию.

4 ОТБОР ПРОБ

4.1 Для составления объединенной пробы из бутылей, бидонов и бочек после тщательного взбалтывания отбирают точечные пробы. От цистерн отбирают равными порциями пробоотборником из верхнего, среднего и нижнего слоев точечные пробы объемом не менее 0,2 $дм^3$.

Точечные пробы помещают в чистую стеклянную емкость, предварительно ополоснутую тем же спиртом, и тщательно перемешивают.

4.2 Объем объединенной пробы должен быть не менее 1,5 $дм^3$.

4.3 Объединенную пробу разливают в три чистые сухие бутылки вместимостью 0,5 $дм^3$, предварительно ополоснутые тем же спиртом, и закрывают плотно пригнанными с прокладкой из пергаментной бумаги корковыми или полиэтиленовыми пробками.

4.4 Часть объединенной пробы в количестве двух бутылок опечатывают сургучной печатью или пломбируют и сохраняют для проведения анализов в случае возникновения разногласий в оценке качества спирта. Эту часть объединенной пробы сохраняют до окончания срока реализации. Третью бутылку с частью объединенной пробы спирта направляют в лабораторию для проведения анализов.

4.5 Горло каждой из трех бутылок с объединенной пробой должно быть обернуто куском ткани или целлофана и обвязано шпагатом, концы которого скреплены пломбой или сургучной печатью на картонной или деревянной бирке с прошнурованной этикеткой, на которой должны быть указаны:

- наименование предприятия-изготовителя и его местонахождение;
- наименование спирта и состав исходного сырья;
- количество спирта в партии, от которой отобрана проба, дал;
- номер цистерны, от которой отобрана проба;
- номер документа о качестве партии спирта и номер акта об отгрузке;
- дата отбора пробы;
- фамилии и подписи лиц, отобравших пробу.

5 МЕТОДЫ АНАЛИЗА

5.1 Определение полноты налива

Полноту налива питьевого спирта, разлитого в бутылки, определяют по ГОСТ 5363.

5.2 Определение органолептических показателей

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

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

5.2.1 *Определение цвета и прозрачности*

Метод основан на визуальном сравнении в проходящем свете анализируемого спирта и дистиллированной воды.

5.2.1.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Штатив для пробирок.

Пробирки типа П 1 или П 2 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.2.1.2 *Проведение анализа*

В две одинаковые по размеру и однородные по цвету стекла пробирки наливают по 10 см^3: в одну — анализируемый спирт, в другую — дистиллированную воду.

Сравнивают содержимое пробирок в проходящем рассеянном свете, устанавливают различные отклонения от цвета и определяют наличие механических примесей в испытуемом спирте.

5.2.2 *Определение вкуса и запаха*

Сущность метода заключается в органолептической оценке вкуса и запаха анализируемого спирта.

5.2.2.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

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

Бокалы дегустационные.

Склянка вместимостью 500 см^3 с пришлифованной пробкой.

Вода умягченная (исправленная).

5.2.2.2 *Проведение анализа*

Анализируемый спирт разбавляют умягченной (исправленной) водой до концентрации 40 % (по объему) при температуре 20 °С. Полученный водно-спиртовой раствор помещают в склянку вместимостью 500 см^3 с пришлифованной пробкой, тщательно перемешивают, наливают в дегустационный бокал и тотчас же определяют вкус и запах.

5.3 Определение концентрации этилового спирта

Концентрацию спирта определяют по ГОСТ 3639.

Концентрацию спирта, предназначенного для длительного хранения органами Госкомрезерва, определяют в диапазоне температур от минус 25 до плюс 40 °С.

5.4 Определение чистоты

Метод основан на реакции посторонних органических примесей в спирте с концентрированной серной кислотой.

5.4.1 *Аппаратура и реактивы*

Плитка электрическая бытовая по ГОСТ 14919.

Секундомер по нормативному документу.

Штатив для пробирок.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см^3 с пришлифованными пробками.

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770.

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

5.4.2 *Проведение анализа*

10 см^3 анализируемого спирта помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и быстро в три-четыре приема при постоянном помешивании добавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты. Полученную смесь тотчас же нагревают на электроплитке при постоянном вращении колбы до тех пор, пока не появятся пузырьки, выходящие на поверхность жидкости с образованием пены. Этот процесс должен длиться 30—40 с с момента начала нагревания. Для этого размер обогреваемой части электроплитки должен быть около 3 см^2, а остальная обогреваемая часть покрыта асбестом.

Содержимое колбы охлаждают, переливают в пробирку с пришлифованной пробкой и сравнивают окраску смеси с окраской спирта, а затем с окраской серной кислоты, которые помещены в аналогичные пробирки в равных количествах.

Результат анализа считают положительным, если окраска смеси совпадает с окраской испытуемого спирта и серной кислоты.

5.5 Определение наличия фурфурола*

Метод основан на реакции взаимодействия фурфурола с анилином в присутствии соляной кислоты с образованием окрашенных растворов.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51710—2001.

5.5.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Секундомер по нормативному документу.

Штатив для пробирок.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336.

Пипетка 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см^3 с пришлифованными пробками.

Анилин по ГОСТ 5819, свежеперегнанный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,188 г/см^3.

5.5.2 *Проведение анализа*

Наличие фурфурола определяют в ректификованном спирте, полученном из зерно-картофельного сырья. В ректификованном спирте, полученном из сахаросодержащего сырья, а также в спирте-сырце наличие фурфурола не определяют.

В пробирку вместимостью 25 см^3 с пришлифованной пробкой вносят с помощью капельницы 10 капель анилина, 3 капли соляной кислоты (плотностью 1,188 г/см^3) и 10 см^3 испытуемого спирта. Пробирку закрывают пробкой, ее содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре.

Если в течение 10 мин раствор остается бесцветным, то он не содержит фурфурола. Появление красного окрашивания указывает на наличие фурфурола.

5.6 Определение окисляемости

5.6.1, 5.6.1.1, 5.6.1.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

5.6.2 Метод с применением типового раствора

Метод основан на визуальном сравнении интенсивности окраски испытуемого раствора, полученного после реакции окисления посторонних органических примесей в спирте раствором марганцовокислого калия, с типовым раствором.

5.6.2.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

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

Пипетка 1—1—2—1 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 2—50 или 4—50 по ГОСТ 1770.

Водяная баня.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, водный раствор с массовой долей 0,02 %.

Типовой раствор для определения окисляемости спирта по НД [1].

5.6.2.2 *Проведение анализа*

Испытуемый спирт наливают до метки в цилиндр вместимостью 50 см^3 с пришлифованной пробкой, предварительно ополоснутый этим же спиртом. Цилиндр со спиртом погружают в водяную баню с постоянно поддерживаемой температурой воды 20 °С с таким расчетом, чтобы уровень воды превышал уровень спирта в цилиндре, и выдерживают не менее 10 мин, чтобы спирт принял температуру 20 °С. Затем к спирту приливают 1 см^3 раствора марганцовокислого калия с массовой долей 0,02 %, закрывают цилиндр пробкой и содержимое перемешивают.

Цилиндр снова погружают в водяную баню температурой 20 °С и выдерживают до тех пор, пока красновато-фиолетовая окраска смеси, постепенно изменяясь, не достигнет окраски типового раствора. После этого цилиндр вынимают из водяной бани и визуально сравнивают окраску испытуемого спирта с окраской типового раствора, помещенного в цилиндр одинакового размера и качества стекла. Время совпадения окраски принимают за окончание реакции окисления и выражают в минутах.

5.7 Определение массовой концентрации альдегидов

Метод основан на реакции присутствующих в анализируемом спирте альдегидов с фуксинсернистым реактивом I.

5.7.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Ареометр стеклянный для спирта по ГОСТ 18481.

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—2, 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.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Типовой спиртовой раствор для определения альдегидов по НД [1].

Фуксинсернистый реактив I по НД [1].

5.7.2 *Проведение анализа*

5.7.2.1 *Анализ ректификованного спирта*

В одну пробирку помещают 10 см³ анализируемого водно-спиртового раствора концентрации 50 % (по объему), в другую — 10 см³ соответствующего типового раствора уксусного альдегида. В обе пробирки добавляют по 2 см³ фуксинсернистого реактива I, закрывают пришлифованными пробками, перемешивают содержимое обеих пробирок и выдерживают в течение 20 мин при комнатной температуре. Образовавшуюся окраску растворов визуально сравнивают на белом фоне или с применением фотоэлектроколориметра в кювете с шириной рабочей грани 20 мм при светофильтре с длиной световой волны 540 нм.

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

5.7.2.2 *Анализ спирта-сырца*

Альдегиды в этиловом спирте-сырце определяют аналогичным способом. Перед анализом спирт-сырец разбавляют дистиллированной водой до концентрации 50 % (по объему), а затем разбавляют в 10 раз раствором этилового ректификованного спирта концентрации 50 % (по объему) и тщательно перемешивают.

5.8 Определение массовой концентрации сивушного масла

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

5.8.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Секундомер по нормативному документу.

Штатив для пробирок.

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

Пробирки вместимостью 45 см³ с пришлифованными пробками.

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

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

Типовые спиртовые растворы для определения сивушного масла по НД [1].

5.8.2 *Проведение анализа*

5.8.2.1 *Анализ ректификованного спирта*

В две пробирки вместимостью 45 см³ вносят по 10 см³ концентрированной серной кислоты и осторожно по стенке пробирки приливают по 0,2 см³ спиртового раствора салицилового альдегида. В одну пробирку приливают 5 см³ испытуемого спирта, а в другую — 5 см³ 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 растворов визуально сравнивают на белом фоне с окраской соответствующего типового раствора сивушного масла.

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

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

5.8.2.2 *Анализ спирта-сырца*

Сивушное масло в спирте-сырце определяют аналогичным способом. Перед анализом спирт-сырец разбавляют в 200 раз ректификованным спиртом высшей очистки и тщательно перемешивают.

5.9 Определение массовой концентрации кислот

Метод основан на определении кислот, содержащихся в испытуемом спирте, по количеству раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование.

5.9.1 *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.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая.

Бюретка 1—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336.

Колбы К-2—500—34 ТХС или П-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Трубка с натронной известью.

Холодильник ХШ-1—200—19/26 ХС по ГОСТ 25336, обратный.

Цилиндр 2—100 по ГОСТ 1770.

Бромтимоловый синий (индикатор) по НД [2], 0,1 г индикатора растворяют в 100 см³ этилового спирта с объемной долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 0,05 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.9.2 *Проведение анализа*

100 см³ испытуемого спирта помещают в круглодонную или плоскодонную колбу, вместимостью 500 см³ с пришлифованным шариковым холодильником, приливают 100 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 10—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/дм³ до появления не исчезающей при взбалтывании голубой окраски в течение 1—2 мин.

5.9.3 *Обработка результатов*

Массовую концентрацию кислот X в пересчете на уксусную кислоту, мг/дм³ безводного спирта, вычисляют по формуле

$$X = V \cdot 3 \cdot 10 \cdot 100/c,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование 100 см³ анализируемого спирта см³;

3 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия, мг;

10 — коэффициент пересчета на 1 дм³ спирта;

$100/c$ — коэффициент пересчета на безводный спирт,

где c — концентрация анализируемого спирта, % (по объему).

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений массовой концентрации кислот, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,6 мг/дм³ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.10 Определение массовой концентрации сложных эфиров

Метод основан на титриметрическом определении сложных эфиров после их омыления раствором гидроокиси натрия.

5.10.1 *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.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Бюретка 1—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы К-2—500—34 ТХС или П-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Трубка с натронной известью.

Холодильник ХШ-1—200—19/26 ХС по ГОСТ 25336, обратный.

Кислота серная х.ч., выдерживающая пробу Саваля, по ГОСТ 4204 или ос. ч. по ГОСТ 14262, раствор c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,1 моль/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ и раствор c (NaOH) = =0,05 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.10.2 *Проведение анализа*

После определения массовой концентрации кислот к нейтрализованному спирту приливают 10 см³ раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ и смесь кипятят в колбе, соединенной с обратным холодильником, в течение 1 ч. Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, закрывая верхнюю часть холодильника трубкой с периодически обновляемой натронной известью. По истечении 1 ч снимают трубку и холодильник промывают дистиллированной водой, а к смеси добавляют 10 см³ раствора серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³, перемешивают и избыток кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм³.

5.10.3 *Обработка результатов*

Массовую концентрацию сложных эфиров, мг/дм³, в пересчете на уксусноэтиловый, X_1 вычисляют по формуле

$$X_1 = V_1 \cdot 8{,}8 \cdot 10 \cdot 100/c,$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на омыление 100 см³ анализируемого спирта, см³;

8,8 — масса уксусноэтилового эфира, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³, мг;

10 — коэффициент пересчета на 1 дм³ спирта;

$100/c$ — коэффициент пересчета на безводный спирт,

где c — концентрация анализируемого спирта, % (по объему).

Объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на омыление сложных эфиров в 100 см³ анализируемого спирта, V_1 вычисляют по формуле

$$V_1 = (10 + V_2/2) \cdot K - 10,$$

где 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;

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

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

При установлении поправочного коэффициента 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 c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ K 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 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.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % относительно меньшего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

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

5.10.4 Анализ спирта-сырца проводят по 5.10.2.

5.11 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.

5.11.1 *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 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—1—2—5 по ГОСТ 29227.

Пробирки вместимостью 25 см³ с пришлифованными пробками.

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

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Кислота серная х.ч., выдерживающая пробу Саваля, по ГОСТ 4204 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, водный раствор с массовой долей 1 %.

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

Фуксинсернистый реактив II по НД [1].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Типовые спиртовые растворы для определения метилового спирта по НД [1].

5.11.2 *Проведение анализа*

В одну пробирку с пришлифованной пробкой помещают 0,1 см^3 анализируемого спирта, а в другую — 0,1 см^3 соответствующего типового раствора метилового спирта. Затем в каждую приливают по 5 см^3 водного раствора марганцовокислого калия с массовой долей 1 % и по 0,4 см^3 раствора серной кислоты (плотностью 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 водного 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 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 растворов с испытуемым спиртом должна совпадать с окраской соответствующего типового раствора метилового спирта или быть менее интенсивной.

Для анализа спиртов «Люкс» и «Экстра» используют типовой раствор с объемной долей метилового спирта 0,03 %, спиртов высшей очистки, питьевого 95 %-ного и 1-го сорта — 0,05 %, спирта-сырца — 0,13 %.

В ректификованном спирте и спирте-сырце, выработанных из сахаросодержащего сырья, объемную долю метилового спирта не определяют.

5.11.3 Анализ спирта-сырца проводят по 5.11.2.

6 ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В СПИРТЕ

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

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

6.1 Метод определения массовой концентрации альдегидов

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

6.1.1 *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.

Баня водяная.

Термометр жидкостный стеклянный 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., выдерживающая пробу Саваля, по ГОСТ 4204 или ос.ч. по ГОСТ 14262, концентрированная.

Пирогаллол А, ч.д.а. по НД [3], водный раствор с массовой долей 0,1 % свежеприготовленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.1.2 *Подготовка к анализу*

6.1.2.1 *Приготовление 0,1 %-ного водного раствора пирогаллола*

Навеску пирогаллола массой (0,100±0,005) г растворяют при помешивании в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ на кипящей водяной бане, охлаждают до температуры 20 °С, доводят объем полученного раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

6.1.3 *Проведение анализа*

6.1.3.1 *Анализ ректификованного спирта*

В пробирку с пришлифованной пробкой вносят 1,5 см³ концентрированной серной кислоты, затем осторожно по стенке пробирки приливают 5 см³ анализируемого спирта и 1 см³ 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 5 мм при светофильтре с длиной световой волны 440 нм в сравнении с дистиллированной водой.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.1.3.1.1 Обработка результатов

Массовую концентрацию альдегидов $c_{ал}$ в этиловом спирте, мг/дм³ 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 среднеарифметическое 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).

6.1.3.2 *Анализ спирта-сырца*

Анализ спирта-сырца проводят по 6.1.3.1.

Спирт-сырец перед анализом разбавляют в 100 раз ректификованным спиртом высшей очистки. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1 см³ исследуемого спирта-сырца, объем колбы доводят до метки ректификованным спиртом высшей очистки и перемешивают.

6.1.3.2.1 Обработка результатов

Массовую концентрацию альдегидов $c'_{ал}$ в спирте-сырце, мг/дм³ безводного спирта, вычисляют по формуле

$$c'_{ал} = (AD - A_1) \cdot 200,$$

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 среднеарифметическое 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).

6.1.3.3 **(Исключен, Изм. № 1).**

6.2 Метод определения массовой концентрации сивушного масла

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

6.2.1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по нормативной документации.

Баня водяная.

Секундомер по нормативному документу.

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

Штатив для пробирок.

Колба 2—200—1 по ГОСТ 1770.

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.

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.2 *Проведение анализа*

6.2.2.1 *Анализ ректификованного спирта*

10 $см^3$ концентрированной серной кислоты вносят в пробирку с пришлифованной пробкой, осторожно по стенке пробирки приливают 5 $см^3$ испытуемого спирта с таким расчетом, чтобы не происходило смешения обеих жидкостей, а образовывалось два слоя. Затем приливают 0,5 $см^3$ 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 при светофильтре с длиной световой волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм в сравнении с дистиллированной водой.

6.2.2.1.1 Обработка результатов

Для расчета содержания сивушного масла следует ввести поправку на присутствующие в спирте альдегиды, также реагирующие с салициловым альдегидом. Для этого из полученного после колориметрирования значения оптической плотности следует вычесть значение расчетной оптической плотности, соответствующее тому количеству альдегидов, которое определено в анализируемом спирте и вычислено по уравнениям, указанным в 6.1.3.1. Эти значения оптических плотностей приведены в таблицах 2 и 3.

Таблица 2*

Массовая концентрация альдегидов в ректификованном спирте, в пересчете на уксусный, $мг/дм^3$ безводного спирта	Значение расчетной оптической плотности по фотоэлектроколориметру	
	ФЭК-56М	КФК-2
1,5	0,035	0,040
2,0	0,040	0,050
2,5	0,055	0,062
3,0	0,062	0,078
3,5	0,072	0,090
4,0	0,085	0,105
4,5	0,102	0,112
5,0	0,115	0,128
6,0	0,135	0,150
7,0	0,158	0,175
8,0	0,180	0,200
9,0	0,200	0,225
10,0	0,220	0,250
15,0	0,325	0,373

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

Таблица 3

Массовая концентрация альдегидов в спирте-сырце, в пересчете на уксусный, мг/дм³ безводного спирта	Значение расчетной оптической плотности по фотоэлектроколориметру	
	ФЭК-56М	КФК-2
187,5	0,165	0,180
225,0	0,210	0,230
250,0	0,240	0,260
262,5	0,260	0,280
275,0	0,275	0,300
287,5	0,290	0,315
300,0	0,305	0,335
400,0	0,406	0,435
500,0	0,508	0,533

Полученные после вычитания расчетных значений оптических плотностей результаты используют для расчета массовой концентрации сивушного масла, $c_{с.м}$ в анализируемом спирте, 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 среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений. Расхождение между каждым измерением и среднеарифметическим значением не должно превышать 5 % среднего значения при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2.2.2 *Анализ спирта-сырца*

Для определения массовой концентрации сивушного масла в спирте-сырце его разбавляют в 200 раз ректификованным спиртом «Экстра» или высшей очистки. Для этого 1 см³ спирта-сырца помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³ и объем ее доводят до метки ректификованным спиртом «Экстра» или высшей очистки строго при температуре 20 °С. Водно-спиртовую смесь перемешивают и используют для анализа.

Анализ спирта-сырца проводят по 6.2.2.1.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при длине световой волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм в сравнении с дистиллированной водой.

6.2.2.2.1 Обработку результатов проводят по 6.2.2.2.

Массовую концентрацию сивушного масла $c'_{с.м}$ в спирте-сырце, мг/дм³ безводного спирта, вычисляют по формулам:

$$c'_{с.м} = (66,6D - 6,8)200 \text{ — для ФЭК-56М;}$$

$$c'_{с\ м} = (59,7D - 6,4)200 \text{ — для КФК-2,}$$

где 66,6; 6,8; 59,7 и 6,4 — постоянные коэффициенты, полученные экспериментально;

D — оптическая плотность.

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

6.2.2.3 Проверка правильности определения массовой концентрации сивушного масла — по приложению 2.

6.3 Метод определения массовой концентрации сложных эфиров

Метод основан на фотоэлектроколориметрическом измерении интенсивности окраски, получаемой после реакции хлористого железа с гидроксамовой кислотой, образующейся в результате взаимодействия сложных эфиров анализируемого спирта и солянокислого гидроксиламина в щелочной среде.

6.3.1 *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 и 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Воронка по ГОСТ 25336.

Колбы 1—500—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—25—18 ТХС и Кн-2—50—18 ТХС 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/дм^3.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор c ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) = 0,37 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор c (HCl) = 4 моль/дм^3.

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.3.2 *Подготовка к анализу*

6.3.2.1 *Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина концентрации 2 моль/дм^3*

Навеску солянокислого гидроксиламина массой (69,60±0,01) г растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 в 200 см^3 дистиллированной воды и доводят объем до метки. Полученный раствор перемешивают и хранят в холодильнике.

6.3.2.2 *Приготовление раствора соляной кислоты c (HCl) = 4 моль/дм^3*

500 см^3 дистиллированной воды наливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, постепенно при непрерывном перемешивании приливают 333 см^3 концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают и охлаждают до температуры 20 °С. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают.

6.3.2.3 *Приготовление раствора хлористого железа c ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) = =0,37 моль/дм^3*

Навеску хлористого железа массой (50,00±0,01) г растворяют в 400 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см^3, приливают 12,5 см^3 раствора соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. При хранении раствора может образоваться осадок, который необходимо отфильтровать.

6.3.2.4 *Приготовление раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 3,5 моль/дм^3*

Навеску гидроокиси натрия массой (70,00±0,01) г растворяют в 400 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см^3, охлаждают до температуры 20 °С, доводят объем полученного раствора до метки дистиллированной водой и снова перемешивают.

6.3.2.5 *Приготовление растворов реакционной смеси*

Перед проведением анализа готовят раствор реакционной смеси путем смешивания равных объемов растворов солянокислого гидроксиламина и гидроокиси натрия, учитывая то, что на проведение анализа одного образца испытуемого ректификованного спирта расходуется 12 см^3, а спирта-сырца — 24 см^3 смеси. Полученную смесь перемешивают и используют для анализа не позднее чем через 6 ч с момента приготовления.

6.3.3 *Проведение анализа*

6.3.3.1 *Анализ ректификованного спирта*

Для проведения анализа требуется приготовление испытуемых растворов А и Б.

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

В обе колбы приливают по 18 см^3 анализируемого спирта и одновременно осторожно перемешивают круговыми движениями в течение 2 мин.

В колбу с раствором А приливают 3 см^3 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.

6.3.3.1.1 Обработка результатов

Массовую концентрацию сложных эфиров $c_{эф}$ в ректификованном спирте, мг/дм³ безводного спирта, рассчитывают по формуле

$$c_{эф} = \frac{D \cdot 100}{0{,}0303 \cdot c},$$

где D — оптическая плотность;

0,0303 — постоянный коэффициент, полученный экспериментально;

c — концентрация анализируемого ректификованного спирта, % (по объему).

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

Нижняя граница определяемого содержания сложных эфиров в ректификованном спирте — 1 мг/дм³ безводного спирта.

6.3.3.2 *Анализ спирта-сырца*

Для проведения анализа требуется приготовление испытуемых растворов А и Б.

В две конические колбы вместимостью 50 см³ вносят по 12 см³ реакционной смеси. Затем в одну из колб приливают 6 см³ раствора соляной кислоты и перемешивают. Содержимое этой колбы именуют раствором Б, содержимое второй колбы — раствором А.

В обе колбы приливают по 6 см³ анализируемого спирта, одновременно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 1,5—2,0 мин.

Затем в колбу с раствором А приливают 6 см³ раствора соляной кислоты и также перемешивают.

В обе колбы добавляют по 6 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 в течение 3-й или 4-й минуты на фотоэлектроколориметре при светофильтре с длиной световой волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5,0 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3.3.2.1 *Обработка результатов*

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

$$c_{эф} = D \cdot \frac{100}{0{,}00099\, c},$$

где D — оптическая плотность;

0,00099 — постоянный коэффициент, полученный экспериментально;

c — концентрация анализируемого спирта-сырца, % (по объему).

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

6.4 Метод определения объемной доли метилового спирта

Метод обеспечивает получение результатов анализа ректификованного спирта в диапазоне объемной доли метилового спирта от 0,01 до 0,05 % (в пересчете на безводный спирт) с абсолютной погрешностью, не превышающей 0,003 % (при $P = 0{,}95$).

Метод основан на окислении метилового спирта в среде ортофосфорной кислоты марганцовокислым калием до формальдегида, который образует с динатриевой солью хромотроповой кислоты соединение сиреневой окраски.

Интенсивность окраски измеряют на фотоэлектроколориметре.

6.4.1 *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 0,01, 0,03 и 0,05 % в безводном спирте по НД [1].

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.

Стаканчик 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 [4], водный раствор с массовой долей 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.4.2 *Подготовка к анализу*

6.4.2.1 *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 см^3 дистиллированной воды, добавляют 7,5 см^3 ортофосфорной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в темной склянке.

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

Навеску динатриевой соли хромотроповой кислоты (1,00± 0,01) г растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 50 см^3 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.

6.4.2.3. *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 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3, охлаждают до 20 °С и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.4.3 *Проведение анализа*

6.4.3.1 *Получение градуировочной характеристики типовых растворов по 6.4.1*

6.4.3.1.1 В пробирки с пришлифованной пробкой наливают по 2 см^3 раствора марганцовокислого калия, в каждую пробирку добавляют по 0,2 см^3 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 см^3 сернистокислого натрия для обесцвечивания реакционной среды и перемешивают. Затем добавляют по 4 см^3 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 см^3 раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты. Содержимое пробирок перемешивают и помещают в баню с кипящей водой на 5 мин.

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.

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

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

$$C_{мет.} = MД - M_1,$$

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.

6.4.3.2 *Исследование анализируемого образца этилового спирта*

6.4.3.2.1 Анализ проводят по 6.4.3.1.1, но вместо 0,2 см^3 типового раствора используют 0,2 см^3 анализируемого образца.

6.4.3.2.2 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.

6.4.3.2.3 *Обработка результатов исследования анализируемого образца*

Объемную долю метилового спирта в ректификованном этиловом спирте находят по формуле (6.4.3.1.2) или градуировочному графику. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $C_{мет.1}$ и $C_{мет.2}$, если расхождение между ними не превышает норматив оперативного контроля сходимости d (таблица 5): $C_{мет.1} - C_{мет.2} \le d$.

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	0,002	0,003	0,004

6.4—6.4.3.2.3 **(Измененная редакция, Изм. № 2)**

6.4.3.3 **(Исключен, Изм. № 1).**

6.4.4. *Контроль точности результатов*

6.4.4.1 *Оперативный контроль воспроизводимости*

Образцами для контроля являются пробы ректификованного спирта, отобранные по разделу 4.

Две параллельные пробы анализируют в точном соответствии с методикой (6.4.3), получая два результата ($\overline{C}_{мет.3}$ и $\overline{C}_{мет\ 4}$) в условиях внутрилабораторной воспроизводимости, с применением разных партий реактивов, различных наборов мерной посуды, в разное время, разными лаборантами.

Расхождение между двумя результатами не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости D: ($\overline{C}_{мет.\ 3} - \overline{C}_{мет.\ 4} \le D$), 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.

6.4.4.2 *Оперативный контроль погрешности*

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок. Отбирают две пробы анализируемого продукта. Одну пробу анализируют в точном соответствии с методикой (6.4.3) и получают результат анализа рабочей пробы $\overline{C}_{мет.5}$. 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 6.4.3 и получают

результат анализа $\overline{C}_{\text{мет. 6}}$, который считается удовлетворительным, если соблюдается условие: $\overline{C}_{\text{мет. 6}} - \overline{C}_{\text{мет. 5}} - X \le K$.

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 .

6.4.4—6.4.4.2 **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1 Этиловый спирт — легковоспламеняющаяся бесцветная жидкость с характерным запахом.

Температурные пределы взрываемости насыщенных паров в воздухе: нижний — 11 °С, верхний — 41 °С. Концентрационные пределы взрываемости при 101,3 кПа (760 мм рт.ст.) в объемных долях 3,6—19 %.

7.2 При отборе проб категорически запрещается применение открытого огня, курение.

7.3 К отбору проб допускаются лица, хорошо знающие свойства спирта, правила техники безопасности и пожарной безопасности при обращении с ним.

7.4 Пробоотборщик должен становиться боком к ветру в целях предотвращения вдыхания паров спирта.

7.5 После окончания отбора проб крышку люка цистерны следует закрыть осторожно, не допуская удара.

7.6 Отбор проб спирта на открытом воздухе во время грозы, сильных атмосферных осадков и бури запрещается.

7.7 При работе со спиртом должны выполняться требования к температуре в помещении и содержанию паров спирта по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация паров спирта в воздухе производственных помещений (ПДК) — 1000 мг/м^3.

7.8 В качестве первичных средств тушения используют химические огнетушители ОХП-10, огнетушители марки ОУ-8, песок, войлочную или асбестовую кошму.

7.9 В качестве средств индивидуальной защиты используют фильтрующий промышленный противогаз по ГОСТ 12.4.121 с фильтрующей коробкой А по ГОСТ 12.4.122.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
(обязательное)

ПРОВЕРКА ПРАВИЛЬНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЛЬДЕГИДОВ

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

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика используют типовые спиртовые растворы по НД [1] с содержанием альдегидов 2; 3; 4 и 10 мг в 1 $дм^3$ безводного спирта.

Проводят колориметрическую реакцию этих растворов с раствором пирогаллола в присутствии концентрированной серной кислоты по прописи, изложенной в 6.1.3.1 при анализе ректификованного спирта.

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 количеством альдегидов в исследуемых растворах на градуировочном графике должна быть прямолинейной.

Составление уравнения для расчета массовой концентрации альдегидов $c_{ал}$ в спирте

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;	4,0;	10,0
D	0,185;	0,260;	0,335;	0,810

Эти уравнения объединяют по два и складывают:

$$\begin{array}{r} 2 = 0{,}185a+b \\ +\ 3 = 0{,}260a+b \\ \hline 5 = 0{,}445a+2b \end{array} \qquad \begin{array}{r} 4 = 0{,}335a+b \\ +\ 10 = 0{,}810a+b \\ \hline 14 = 1{,}145a+2b \end{array}$$

Определяют коэффициенты a и b:

$$\begin{array}{r} 14 = 1{,}145a+2b \\ -\ 5 = 0{,}445a+2b \\ \hline 9 = 0{,}700a \end{array} \qquad a = 12{,}71$$

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

$$5 = 0{,}445 \cdot 12{,}71+2b; \qquad b = -0{,}32.$$

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

$$c_{ал} = 12{,}71D-0{,}32,$$

где D — оптическая плотность.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(обязательное)

ПРОВЕРКА ПРАВИЛЬНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СИВУШНОГО МАСЛА

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

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика используют типовые спиртовые растворы по НД [1] с содержанием сивушного масла 2; 3; 4 и 15 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 6.2.2.1 при анализе ректификованного спирта.

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 этиловом спирте проводят аналогично описанному для альдегидов в приложении 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3 **(Исключено, Изм. № 2)**

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
(справочное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 9181—122—000080—64—97 Стандартные образцы (ОСО). Растворы типовые. Технические условия

[2] ТУ 6—09—2086—77 или ТУ 6—09—4530—77 Бромтимоловый синий

[3] ТУ 6—09—5319—90 Пирогаллол А. Технические условия

[4] ТУ 6—09—05—1371—88 Хромотроповой кислоты динатриевая соль 2-водная. Технические условия

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

УДК 661.722:543.006.354 МКС 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: этиловый спирт, отбор проб, правила приемки, методы анализа, полнота налива, органолептические показатели, цвет и прозрачность, вкус и запах, концентрация, чистота, фурфурол, окисляемость, альдегиды, сивушное масло, кислоты, сложные эфиры, метиловый спирт, фотоэлектроколориметрический метод

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 20.10.2005. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,30. Тираж 90 экз. Зак. 794. С 2028.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru э@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru