МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯКИ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТИЛОВОГО СПИРТА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.863:006.354 Группа Н79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯКИ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

Метод определения метилового спирта

ГОСТ 13194—74

Cognacs and cognac spirits.
Method for determination of methyl alcohol

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на коньяки и коньячные спирты и устанавливает колориметрический метод определения метилового спирта с динатриевой солью хромотроповой кислоты.

Метод основан на окислении метилового спирта в кислой среде марганцовокислым калием до формальдегида, который образует с динатриевой солью хромотроповой кислоты соединение, имеющее розово-фиолетовую окраску.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 14137*.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытаний применяют:

весы по ГОСТ 24104** с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности и 1 кг, 3-го класса точности;

колориметр фотоэлектрический по ТУ 3—3.1766, ТУ 3—3.1860, ТУ 3—3.2164;

колбы 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;

цилиндры 1—25; 1—50 или 3—50 по ГОСТ 1770;

пипетки 4—2—1 или 5—2—1; 4—2—2 или 5—2—2; 1—2—2; 6—2—5 или 7—2—5; 6—2—10 или 7—2—10;

стаканы В-1—400 или В-1—600, или Н-1—400, или Н-1—600 по ГОСТ 25336;

колбы К-100 или К-250, или П-100, или П-250 по ГОСТ 25336;

пробирки П-4 по ГОСТ 25336;

колбы КН-100 по ГОСТ 25336;

термометры 1-А2 или 2-А2, или 1-Б2, или 2-Б2 по ТУ 25—2021—003—88;

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336;

холодильник по ГОСТ 25336;

секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003 или часы песочные;

баню водяную;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч. для пробы Саваля;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552, х. ч.;

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51144—98.

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1974
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*, раствор объемной долей 40 %;

метанол-яд (метиловый спирт) по ГОСТ 6995, х.ч.;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч.;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180, х.ч., раствор массовой концентрацией 80 г/дм^3, навеску массой 8,0 г растворяют в воде, объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 100 см^3;

калий сернистокислый пиро · (метабисульфит) по ТУ 6—09—5312, ч. д. а., или натрий сернистокислый пиро · (метабисульфит) по ТУ 6—09—4327, ч.д.а., или натрий сернистокислый кислый, раствор массовой концентрацией 300 г/дм^3; навеску массой 30,0 г растворяют в воде, объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 100 см^3;

динатриевую соль хромотроповой кислоты, раствор массовой концентрацией 20 г/дм^3; навеску массой 1,00 г растворяют в воде, объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 50 см^3; раствор хранят в холодильнике в темной склянке с притертой пробкой не более 5 сут;

раствор марганцовокислого калия, готовят следующим образом: навеску марганцовокислого калия массой 3,00 г растворяют при нагревании на водяной бане в конической колбе в 50 см^3 дистиллированной воды, в которую добавляют 15 см^3 ортофосфорной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки. Хранят в темной склянке с притертой пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Разд. 3. **(Исключен, Изм. № 2).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕТИЛОВОГО СПИРТА В КОНЬЯКАХ И КОНЬЯЧНЫХ СПИРТАХ

4.1. Подготовка к испытанию

4.1.1. Приготовление основного раствора метилового спирта

Навеску метилового спирта массой 1,000 г, взвешенную в бюксе, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и объем доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 40 %.

4.1.2. Построение градуировочного графика

Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 50 см^3 отмеривают 1,25; 2,50; 3,75; 5,00; 6,25; 7,50 и 8,75 см^3 основного раствора метилового спирта и содержимое каждой колбы доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 40 %. Массовая концентрация полученных растворов соответствует 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 и 1,75 г/дм^3 метилового спирта.

По 0,25 см^3 каждого раствора отмеряют в пробирки с притертой пробкой, затем в каждую пробирку добавляют по 2 см^3 раствора марганцовокислого калия, перемешивают и оставляют на 3 мин, периодически взбалтывая жидкость. Затем в каждую пробирку вносят по 2 см^3 раствора щавелевой кислоты, взбалтывают до растворения осадка и добавляют по каплям раствор метабисульфита натрия или калия, или бисульфита натрия до полного обесцвечивания жидкости. Из каждой пробирки отбирают по 1 см^3 раствора, переносят в другие сухие пробирки, в каждую добавляют по 1 см^3 серной кислоты, дают смеси охладиться, а затем вносят еще по 1 см^3 серной кислоты, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры и во все пробирки добавляют по две капли раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты. Пробирки сразу же помещают на 15 мин в стакан с водой с температурой (60±1) °С. После охлаждения до комнатной температуры оптическую плотность полученных растворов сравнения метилового спирта измеряют на фотоэлектроколориметре при зеленом светофильтре (λ_{max} = 540 нм) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 мм.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс объемную долю метилового спирта в процентах в растворах сравнения: по оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей. Величину оптической плотности раствора сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят точно так же, как растворы сравнения, только вместо 0,25 см^3 раствора метилового спирта берут такое же количество раствора этилового спирта объемной долей 40 %.

4.1.1, 4.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

4.2. Проведение испытания

4.2.1. Перед проведением испытания коньяк или коньячный спирт разбавляют дистиллированной водой до получения раствора объемной долей этилового спирта 40 %. Полученную жидкость наливают точно до метки в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, переносят в перегонную колбу (круглодонную или плоскодонную) и начинают перегонку. Приемником служит та же мерная колба. Перегонку прекращают, когда мерная колба будет заполнена примерно на 80 %, затем содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой. 0,25 $см^3$ полученного дистиллята отмеряют в пробирку с притертой пробкой и определяют содержимое метилового спирта, как указано в п. 4.1.2. При приготовлении контрольного раствора вместо 0,25 $см^3$ раствора этилового спирта берут такое же количество дистиллированной воды.

Примечания:

1. Для испытания можно использовать дистиллят коньяка или коньячного спирта, оставшийся после определения крепости. В этом случае дистиллят разбавляют до получения раствора объемной долей этилового спирта 40 %.
2. В молодом бесцветном коньячном спирте содержание метилового спирта определяют без перегонки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию метилового спирта (X) в коньяках и коньячных спиртах, $г/дм^3$, вычисляют по формуле

$$X = A \cdot K,$$

где A — массовая концентрация метилового спирта, найденная по градуировочному графику, $г/дм^3$;

K — кратность разбавления коньяка или коньячного спирта.

Вычисление проводят до второго десятичного знака. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют его до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,07 $г/дм^3$.

5.3. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученных в разных лабораториях для одной партии при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать 0,15 $г/дм^3$.

5.2, 5.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минпищепромом СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.10.74 № 2383**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13194—67**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 5962—67	2.1
ГОСТ 6552—80	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 6995—77	2.1
ГОСТ 14137—74	2.1
ГОСТ 20490—75	2.1
ГОСТ 22180—76	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ТУ 6—09—4377—78	2.1
ТУ 6—09—5312—86	2.1
ТУ 3—3.1766—82	2.1
ТУ 3—3.1860—85	2.1
ТУ 3—3.2164—89	2.1
ТУ 25—1819.0021—90	2.1
ТУ 25—1894.003—90	2.1
ТУ 25—2021—003—88	2.1

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

6. **ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 1—85, 4—90)**

gost.e-ecolog.ru