МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФУРФУРОЛА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.5:547.724.1.06:006.354 Группа Н79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

Метод определения фурфурола

ГОСТ 14352—73

Cognac spirits.
Method for determination of furfural

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на коньячные спирты и устанавливает колориметрический метод определения фурфурола, основанный на образовании в кислой среде соединения фурфурола с анилином красного цвета.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Термометры 1-А4 или 1-Б4 или 2-А3 или 2-Б3 или 3-А5 или 3-Б5 по ТУ 25—2021—003—88Е.

Колориметр фотоэлектрический по НТД.

Колбы 1—200—2 или 2—200—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 8—2—0,1; 8—2—0,2; 6—2—5 или 7—2—5; 2—2—5 или 3—2—5; 6—2—10 или 7—2—10; 2—2—10 или 3—2—10.

Пробирки П-4 по ГОСТ 25336.

Капельницы по ГОСТ 25336.

Колбы КП-1—50 или КП-2—50 по ГОСТ 25336.

Холодильники типа ХТП по ГОСТ 25336.

Алонжи по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Ампулы стеклянные.

Баня песчаная.

Асбест.

Анилин по ГОСТ 5819, ч. д. а. (фракция с температурой кипения 183 °С—184 °С).

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с массовой концентрацией 18,6 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962**, раствор с объемной долей 40 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фурфурол по ГОСТ 10930, свежеперегнанный, фракция с температурой кипения 160 °С—165 °С. При перегонке фурфурола фракцию с температурой кипения 160 °С—165 °С отбирают из приемника в ампулу. Когда ампула наполнится, открытый кончик капилляра запаивают.

Перегонку анилина и фурфурола осуществляют на песчаной бане в колбе КП-1—50 или КП-2—50, обложенной асбестом. Приемником служит стаканчик типа СВ.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1973
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление раствора А

Взвешивают маленькую ампулу, записывают результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, ампулу наполняют фурфуролом, погружая конец капилляра в фурфурол, находящийся в большой ампуле. Одновременно слегка нагревают шарик маленькой ампулы на пламени горелки. В момент наполнения шарик охлаждают водой. Когда ампула наполнится, открытый кончик капилляра запаивают. Ампулу осторожно вытирают и взвешивают. Разница между массой наполненной и пустой ампулы является массой фурфурола. Затем рассчитывают для данной массы фурфурола количество спирта с объемной долей 40 %, необходимое для получения раствора с массовой концентрацией фурфурола 200 мг/дм^3. После этого отмеривают рассчитанное количество спирта в темную склянку с притертой пробкой, опускают в склянку-ампулу с фурфуролом и закрывают пробкой. Сильно встряхивая склянку, разбивают ампулу и раствор хорошо перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Приготовление раствора Б

10 см^3 раствора А отмеривают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и содержимое колбы доводят до метки спиртом с объемной долей 40 %.

2.3. Построение градуировочного графика 2, 3, 4, 5, 6, 7 и 8 см^3 раствора Б вносят в пробирки с притертыми пробками. Содержимое каждой пробирки доводят спиртом с объемной долей 40 % до 10 см^3, добавляют одну каплю раствора трилона Б, а затем 0,2 см^3 анилина и 0,1 см^3 соляной кислоты, отмеренных только соответствующими микропипетками (соляную кислоту необходимо дозировать особенно точно). Содержимое пробирок перемешивают и оставляют в темном месте на 35 мин.

Массовая концентрация фурфурола в полученных растворах сравнения будет соответственно 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8 мг/100 см^3.

Оптическую плотность раствора сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре при сине-зеленом светофильтре (λ_{max} = 490±10 нм) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 мм. Каждый раствор сравнения колориметрируют не ранее чем через 35 мин и не позже чем через 50 мин после его приготовления. В качестве контрольного раствора берут дистиллированную воду. По полученным данным строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Коньячный спирт разбавляют дистиллированной водой до получения раствора с объемной долей спирта 40 %. Затем 10 см^3 коньячного спирта с объемной долей 40 % отмеряют в пробирку с притертой пробкой, вносят 1 каплю раствора трилона Б, 0,2 см^3 анилина и 0,1 см^3 соляной кислоты точно так же, как описано в п. 2.3, смесь перемешивают и оставляют в темном месте. При массовой концентрации фурфурола в пробе более 2 мг/100 см^3 безводного спирта берут 5 см^3 коньячного спирта с объемной долей 40 % и объем доводят до 10 см^3 раствором этилового спирта с объемной долей 40 %. Одновременно с анализируемым раствором готовят контрольный раствор из таких же количеств коньячного спирта с объемной долей 40 % раствора трилона Б и анилина (без соляной кислоты). Анализируемый раствор колориметрируют не ранее чем через 35 мин и не позднее чем через 50 мин после его приготовления, вместе с контрольным раствором.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую концентрацию фурфурола в коньячном спирте (X), мг на 100 см^3 безводного спирта, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot 10 \cdot 100}{40 \cdot B} = \frac{25 \cdot A}{B},$$

где A — массовая концентрация фурфурола в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг на 100 см^3;

B — объем коньячного спирта с объемной долей 40 %, взятый для колориметрирования, см^3;

100 — коэффициент для пересчета результатов анализа на 100 см^3 безводного спирта;

40 — объемная доля спирта в анализируемом растворе, %;

10 — объем анализируемого раствора, $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,14 мг на 100 $см^3$ безводного спирта.

4.4. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученных в разных лабораториях для одной партии при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать 0,3 мг на 100 $см^3$ безводного спирта.

4.3, 4.4. **(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 23.07.73 № 1794

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14352—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 3118—77	1
ГОСТ 5819—78	1
ГОСТ 5962—67	1
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 10652—73	1
ГОСТ 10930—74	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 25336—82	1
ТУ 25—2021—003—88Е	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 1985 г., декабре 1989 г. (ИУС 5—85, 4—90)

gost.e-ecolog.ru