МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫСШИХ СПИРТОВ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.253:547.262.06+663.5:547.262.06:006.354 Группа Н79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

Метод определения высших спиртов

ГОСТ 14138—76

Cognac and fruit spirits.
Method for determination of higher alcohols

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на коньяки, кальвадосы, коньячные спирты и плодовые спирты с объемной долей этилового спирта не менее 40 % и устанавливает колориметрический метод определения высших спиртов с пара-диметиламинобензальдегидом. Стандарт не распространяется на ректификованный плодовый спирт.

Метод основан на образовании в результате дегидратации высших спиртов соединений, дающих с пара-диметиламинобензальдегидом окрашенные продукты.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 3, Поправка).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14137*.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют весы по ГОСТ 24104**, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

колориметр фотоэлектрический;

колбы 2—50—2; 2—500—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 1—2—0,5 или 4—2—1, или 5—2—1; 6—2—5 или 7—2—5; 2—2—10 или 3—2—10;

цилиндры 1—10 или 1—25, или 3—25 по ГОСТ 1770;

колбы Кьельдаля 1—50 по ГОСТ 25336;

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336;

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

холодильники по ГОСТ 25336;

секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003;

баню водяную;

спирт изоамиловый по ГОСТ 5830;

спирт изобутиловый по ГОСТ 6016;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающую пробу Саваля;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

пара-диметиламинобензальдегид, раствор готовят следующим образом:

---

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

** 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, 1976
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

навеску пара-диметиламинобензальдегида массой 2,00 г растворяют в серной кислоте в мерной колбе вместимостью 500 см^3 и объем доводят до метки серной кислотой.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного раствора высших спиртов с массовой концентрацией 5 г/дм^3

Навеску изоамилового спирта массой 1,000 г растворяют в 4—6 см^3 раствора этилового спирта с объемной долей 40 % и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Колбу доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %.

Навеску изобутилового спирта массой 0,250 г растворяют в растворе этилового спирта с объемной долей 40 %, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки точно так же, как изоамиловый спирт.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 отмеривают 10 см^3 раствора изоамилового спирта и 10 см^3 раствора изобутилового спирта и доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Построение градуировочного графика

Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 50 см^3 отмеривают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 см^3 основного раствора высших спиртов и доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %. Массовая концентрация высших спиртов в полученных растворах сравнения будет соответственно 25,0; 37,5; 50,0; 62,5; 75,0 и 87,5 мг/100 см^3 безводного спирта.

По 0,5 см^3 приготовленных растворов сравнения высших спиртов отмеривают в колбы Кьельдаля вместимостью 50 см^3 или в мерные колбы вместимостью 50 см^3. Колбы помещают в баню со льдом и в каждую, не вынимая из бани, вносят при осторожном помешивании по 10 см^3 раствора пара-диметиламинобензальдегида. Затем колбы помещают в кипящую водяную баню и через 2—3 мин закрывают пробками. В кипящей водяной бане колбы выдерживают точно 30 мин, после чего их переносят в баню со льдом на 5 мин.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при сине-зеленом светофильтре (λ_{max} = 490±10 нм) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 3 мм.

Контрольный раствор готовят точно так же, как растворы сравнения, только вместо 0,5 см^3 раствора высших спиртов берут такое же количество раствора этилового спирта с объемной долей 40 %.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс количества высших спиртов в мг/100 см^3 безводного спирта, содержащиеся в растворах сравнения, по оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Перед проведением анализа коньяк, кальвадос, окрашенный коньячный или плодовый спирт наливают 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, помещенная в холодную воду. Перегонку прекращают, когда мерная колба будет заполнена не менее чем на 90 %, а затем содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой.

Массовую концентрацию высших спиртов в бесцветном коньячном или плодовом спирте определяют без перегонки.

Дистиллят коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или бесцветный коньячный или плодовый спирт разбавляют дистиллированной водой до получения раствора с объемной долей спирта 40 %. 10 см^3 полученного раствора отмеряют в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %. Из этого раствора отмеряют 0,5 см^3 в колбу Кьельдаля или мерную колбу и определяют содержание высших спиртов, как указано в п. 3.2.

Примечание. При массовой концентрации высших спиртов более 400 мг/см^3 безводного спирта отмеряют 5 см^3 полученного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, Поправка).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию высших спиртов в коньяках, кальвадосах, коньячных или плодовых спиртах (X) в мг/100 см^3 безводного спирта вычисляют по формуле

$$X = K \cdot A,$$

где K — кратность разбавления испытуемого раствора;

A — массовая концентрация высших спиртов, найденная по градуировочному графику, мг/100 см^3 безводного спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, Поправка).

5.1.1. Вычисление проводят до первого десятичного знака. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют до целого числа.

5.1.2. Допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 3 %.

5.1.3. Допускаемое относительное расхождение между результатами двух измерений, полученных для одной партии в разных лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 6 %.

5.1.1—5.1.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

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 09.01.76 № 75

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14138—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 5830—79	2.1
ГОСТ 5962—67	2.1
ГОСТ 6016—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 14137—74	1.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ТУ 25—1819.0021—90	2.1
ТУ 25—1894.003—90	2.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.12.91 № 1957

6. ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1979 г., июле 1986 г., декабре 1991 г. (ИУС 12—79, 10—86, 3—92, Поправкой (ИУС 5—2007)

gost.e-ecolog.ru