

КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРЕДНИХ ЭФИРОВ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ**Метод определения средних эфиров**

Cognac and fruit spirits.
Method for the determination of medium ethers

**ГОСТ
14139—76**

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на коньяки, кальвадосы, коньячные спирты и плодовые спирты с объемной долей этилового спирта не менее 40 % и устанавливает метод определения средних эфиров. Стандарт не распространяется на ректификованный плодовой спирт.

Метод основан на омылении средних эфиров щелочью. По количеству непрореагировавшей щелочи, определяемой титрованием, вычисляют количество щелочи, израсходованное на омыление эфиров.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.
(Измененная редакция, Изм. № 2, Поправка).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14137*.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
колбы 1—100—2 или 2—100—2 по ГОСТ 1770;
колбы К-250 или П-250 по ГОСТ 25336;
колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336;
холодильники по ГОСТ 25336;
пипетки 2—2—50 или 3—2—50; 6—2—10 или 7—2—10;
бюретки 1—2—25—0,1 по ГОСТ 29251—ГОСТ 29253;
капельницы по ГОСТ 25336;
термометры по ГОСТ 28498 с ценой деления не более 1 °С и пределами измерения 0 °С—100 °С;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы $c(\text{NaOH}$ или $\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра;
кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра;
фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, раствор готовят по ГОСТ 4919.1;
спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962**;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Перед проведением анализа коньяк, кальвадос, окрашенный коньячный или плодовой спирт наливают точно до метки в мерную колбу вместимостью 100 см³ и переносят в перегонную колбу (плоскостонную или круглодонную). Приемником служит та же мерная колба, в которую наливают 5—6 см³ дистиллированной воды и помещают в холодную воду не выше 5 °С. К нижнему концу холодильника присоединяют стеклянную трубку с оттянутым концом так, чтобы конец трубки был погружен в воду, находящуюся в мерной колбе, и начинают перегонку. Когда приемная колба наполнится примерно наполовину, ее опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 2—3 см³ дистиллированной воды. Когда приемная колба наполнится примерно на 90 %, перегонку прекращают и содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки.

Для анализа можно также использовать дистиллят коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта, оставшийся после определения объемной доли этилового спирта. Массовую концентрацию средних эфиров в бесцветном коньячном или плодном спирте определяют без перегонки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, Поправка).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 50 см³ дистиллята коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или 50 см³ бесцветного коньячного или плодового спирта отмеривают в коническую колбу, добавляют две-три капли раствора фенолфталеина и осторожно по каплям приливают раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия до появления слабо-розового окрашивания. Затем для омыления вносят 15 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, перемешивают, колбу закрывают пришлифованной или каучуковой пробкой и оставляют на 7 ч, периодически (через 1,5—2 ч) перемешивая. По окончании омыления избыток гидроокиси натрия или гидроокиси калия титруют раствором серной кислоты до исчезновения розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, Поправка).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию средних эфиров в коньяках, кальвадосах, коньячных или плодовых спиртах (X) в пересчете на этиловый эфир уксусной кислоты в мг/100 см³ безводного спирта вычисляют по формуле

$$X = \frac{8,8 \cdot 100 \cdot (15 - V) \cdot 100}{50 \cdot C},$$

где V — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

15 — объем раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, взятый для омыления, см³;

8,8 — масса этилового эфира уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, мг;

50 — объем коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или его дистиллята, взятый для определения, см³;

100 — коэффициент для пересчета на 100 см³ коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта;

C — объемная доля этилового спирта в коньяке, кальвадосе, коньячном или плодном спирте, %;

100 — коэффициент для пересчета на 100 см³ безводного спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 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 абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 3,5 мг/100 см³ безводного спирта.

5.1.3. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученных для одной партии в разных лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 7 мг/100 см³ безводного спирта.

5.1.1—5.1.3. **(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 27.02.76 № 515

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14139—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 4328—77	2.1
ГОСТ 4919.1—77	2.1
ГОСТ 5962—67	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 14137—74	1.1
ГОСТ 24363—80	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 25794.1—83	2.1
ГОСТ 28498—90	2.1
ГОСТ 29251-91—29253-91	2.1
ТУ 6—09—5360—87	2.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.12.91 № 1956

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