

Изменение № 4 ГОСТ 5964—82 Спирт этиловый. Правила приемки и методы испытаний

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.06.89 № 1451

Дата введения 01.01.90

Пункты 2.10.2, 2.11.2, 3.1.2, 3.3.2, 3.4.2. Заменить ссылку: ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88.

Пункт 3.1.4.2 дополнить абзацем (после четвертого): «Массовую концентрацию альдегидов, в пересчете на уксусный альдегид, мг/дм³ безводного спирта, вычисляют по формулам:

$C_{\text{альд.}} = 22,2 \cdot D - 0,4$; (1) — для ФЭК-56М;

$C_{\text{альд.}} = 20,0 \cdot D - 0,4$; (2) — для КФК-2;

$C_{\text{альд.}} = 93,0 \cdot D + 3,1$; (3) — для ФЭК-56М;

$C_{\text{альд.}} = 85,1 \cdot D + 1,9$; (4) — для КФК-2,

где 22,2; 0,4; 20,0; 93,0; 3,1; 85,1 и 1,9 — постоянные коэффициенты, полученные экспериментально;

D — оптическая плотность».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Метод определения массовой концентрации сивушного масла

3.2.1. Сущность метода

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.

3.2.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр) по ГОСТ 12083—78.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 27544—87.

Штативы для пробирок.

Баня водяная.

Пробирки вместимостью 45 см³ с шлифованными пробками.

Пипетки 4—1—1, 6—1—5 и 6—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—200—1 по ГОСТ 1770—74.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч. или ч.д.а.

Альдегид салициловый по ГОСТ 9866—74, спиртовой раствор с массовой долей салицилового альдегида 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.2.3. Проведение испытания

3.2.3.1. Анализ ректифицированного спирта

10 см³ концентрированной серной кислоты вносят в пробирку с шлифованной пробкой, осторожно по стенке пробирки приливают 5 см³ испытуемого спирта с таким расчетом, чтобы не происходило смешения обеих жидкостей, а образовывалось два слоя. Затем приливают 0,5 см³ спиртового раствора с массовой долей салицилового альдегида 1 %, пробирку закрывают пробкой, содержимое энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 10 мин, отмечая время по секундомеру. Затем пробирки 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 на фотоэлектроколориметре ФЭК-56М или КФК-2 при светофильтре с длиной световой волны 540 нм в кюветках с шириной рабочей грани 20 мм в сравнении с дистиллированной водой.

3.2.3.2. Обработка результатов

(Продолжение см. с. 256)

Для расчета содержания сивушного масла следует внести поправку на присутствующие в спирте альдегиды, также реагирующие с салициловым альдегидом. Для этого от полученного после колориметрирования значения оптической плотности следует вычесть расчетную оптическую плотность, соответствующую тому количеству альдегидов, которое определено в анализируемом спирте и вычислено по уравнениям, указанным в п. 3.1.4.2. Эти значения оптических плотностей приведены в табл. 1а и 1б.

Таблица 1а

Массовая концентрация альдегидов в ректифицированном спирте, в пересчете на уксусный, мг/дм ³ безводного спирта	Расчетная оптическая плотность 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

Таблица 1б

Массовая концентрация альдегидов в спирте-сырце, в пересчете на уксусный, мг/дм ³ безводного спирта	Расчетная оптическая плотность 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

Продолжение табл. 1б

Массовая концентрация альдегидов в спирте-сырце, в пересчете на уксусный, мг/дм ³ безводного спирта	Расчетная оптическая плотность по фотоэлектроколориметру	
	ФЭК-56М	КФК-2
287,5	0,290	0,315
300,0	0,305	0,335
400,0	0,406	0,435
500,0	0,508	0,533

(Продолжение см. с. 257)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5964—82)

Полученные после вычитания результаты не должны превышать предельно допустимые значения оптических плотностей, установленные для каждого сорта спирта и указанные в табл. 1в.

Т а б л и ц а 1 в

Сорт спирта	Массовая концентрация сивушного масла в безводном спирте, мг/дм ³ , не более	Предельно допустимые значения оптических плотностей по фотоэлектроколориметру, не более	
		ФЭК-56М	КФК-2
Люкс	2,0	0,220	0,240
Экстра	3,0	0,260	0,280
Вышей очистки и питьевой 95 %-ный	4,0	0,300	0,330
1-го сорта	15,0	0,710	0,780
Спирт-сырец	5000,0	0,500	0,550

Превышение указанных пределов оптических плотностей указывает на наличие сверхнормативного количества сивушного масла.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $\pm 5,0\%$ относительно среднего значения при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Продолжение см. с. 258)

Массовую концентрацию свишного масла в испытуемом спирте (мг/дм³ безводного спирта) вычисляют по формулам:

для ректификованного спирта

$$C_{\text{см}} = 26,6 \cdot D - 3,8; (5) \text{ — для ФЭК-56М;}$$

$$C_{\text{см}} = 24,1 \cdot D - 3,8; (6) \text{ — для КФК-2;}$$

для спирта-сырца

$$C_{\text{см}} = 66,6 \cdot D - 6,8; (7) \text{ — для ФЭК-56М;}$$

$$C_{\text{см}} = 59,7 \cdot D - 6,4; (8) \text{ — для КФК-2,}$$

где 26,6; 3,8; 24,1; 66,6; 6,8; 59,7 и 6,4 — постоянные коэффициенты, полученные экспериментально;

D — оптическая плотность.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $\pm 5,0\%$ относительно среднего значения при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.2.3.3. Анализ спирта-сырца

Для определения массовой концентрации свишного 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 п. 3.2.3.1.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре ФЭК-56М или КФК-2 при длине световой волны 540 нм в кюветах с шириной рабочей грани 10 мм в сравнении с дистиллированной водой.

3.2.3.4. Обработка результатов — по п. 3.2.3.2».

(ИУС № 8 1989 г.)