

**ВООСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР**

СПИРТ и ВОДКА

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

Цена 1 руб. 40 коп.

СТАНДАРТГИЗ — 1947

С С С Р — Народный комиссариат пищевой промышленности	ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ <i>Издание официальное</i>	ОСТ 278 НКПП
	СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ	Взамен ОСТ 116
		Пищевая про- мышленность И70

А. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Ректификованным этиловым спиртом называется продукт фракционированной перегонки (ректификации) сырого этилового спирта, получаемого путем спиртового брожения веществ, содержащих углеводы¹.

Б. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

а) Ректификованный спирт должен представлять собой прозрачную бесцветную жидкость, без постороннего и неприятного запаха или вкуса и без примесей.

б) Крепость ректификованного спирта должна быть не ниже 95,5% (по объему).

Примечание. Спирты крепостью от 95% до 95,5% подлежат приемке по соглашению сторон. Спирты крепостью ниже 95% приемке не подлежат.

в) Ректификованный спирт должен выдерживать пробу Савалля 10 на 10.

г) Ректификованный спирт должен выдерживать пробу Ланге не меньше чем в течение 20 мин.

Примечание. Спирты, выдерживающие пробу Ланге от 10 до 20 мин., подлежат приемке по соглашению сторон. Спирты, выдерживающие пробу Ланге меньше 10 мин., приемке не подлежат.

д) Количество альдегидов—не более 0,002%.

е) Количество сивушных масел—не более 0,003%.

ж) Ректификованный спирт не должен содержать фурфурола.

з) Количество сложных эфиров — не более 50 мг в 1 л абсолютного алкоголя.

и) Ректификованный спирт не должен содержать метилового алкоголя по пробе Дениже.

¹ Настоящий стандарт не распространяется на виноградный ректификат, идущий исключительно для сдобривания виноградных вин.

Внесен Главспиртом	Утвержден 23/1 1936 г.	Срок введения 10/II 1936 г.
-------------------------------	-----------------------------------	--

В. УПАКОВКА

Ректифицированный спирт должен храниться и транспортироваться в специально предназначенных и оборудованных для этой цели железных цистернах или баках. До 60 л спирта может храниться и транспортироваться в стеклянной посуде или специальных бидонах, закупоренных корковыми пробками и обернутых пергаментом за сургучной печатью. В исключительных случаях допускаются хранение и перевозка спирта в деревянных бочках, покрытых внутри спиртоупорной эмалью.

Г. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

а) Отбор проб

Отбор проб из цистерн или бочек производится при помощи пробника, дающего возможность получить спирт из всех слоев цистерн или только из верхнего, среднего или нижнего слоя.

Для составления средней пробы отбирают из всех бочек, пропорционально их емкости, в общем не менее 3 л.

После тщательного взбалтывания взятых проб их разливают в три склянки емкостью около 1 л с притертыми пробками, причем одна из склянок, опечатанная печатями поставщика и приемщика, передается для испытания, другие пробы остаются для экспертного анализа как у поставщика, так и приемщика.

б) Методы испытания

Определение вкусовых свойств и крепости и проведение проб Савалля и Ланга производит приемщик на заводе. Остальные испытания производят в центральных трестовских лабораториях Главспирта.

1. Определение вкусовых свойств производят органолептически. Для этого небольшое количество спирта разбавляют в сосуде с закрытой пробкой 2,5—3 объемами дистиллированной или хорошей питьевой воды. Испытание производят тотчас же после разбавления.

2. Определение крепости спирта производят при помощи металлического спиртомера согласно правилам, изложенным в таблицах к спиртомеру, издаваемым Всесоюзным институтом мер и стандартов (ВИМС).

3. Проба Савалля. Из отобранной пробы отмеривают цилиндром 10 см³ спирта, вливают в колбочку Савалля и

быстро прибавляют к нему в 3—4 приема при постоянном взбалтывании 10 см³ х. -ч. серной кислоты уд. в. 1,84. Не прерывая взбалтывания, колбочку нагревают на спиртовой лампочке, дающей пламя высотой 4—5 см и шириной в нижней широкой части около 1 см. Нагревание, обычно длящееся около полминуты, ведут до тех пор, пока не начнут выделяться пузырьки, образующие на поверхности жидкости легкую пену, после чего колбочке со смесью дают спокойно остыть. После охлаждения жидкость должна оставаться совершенно бесцветной. Для большей точности испытания содержимое колбочки переливают после охлаждения в специальный цилиндр с притертой пробкой и, пользуясь штатив-камерой, наблюдают окраску смеси, сравнивая ее с равными объемами взятых для испытания: спирта, с одной стороны, и кислоты — с другой. Если при этом смесь оказывается столь же бесцветной, как спирт и кислота, то результат испытания признается положительным.

Повторному испытанию с предварительной перегонкой подвергается спирт в том случае, если имеется предположение, что загрязнение механическими примесями произошло при перевозке или хранении. 20—25 см³ спирта осторожно отгоняют так, чтобы жидкости не перебрасывалась по стенке перегонной колбочки не перегревались, охлаждая при этом приемник льдом. Отогнанный спирт подвергают испытанию по вышеописанному методу.

4. Проба Ланга. Цилиндр с притертой пробкой, с меткой на 50 см³, ополаскивают испытуемым спиртом, после чего наполняют им же до метки и погружают в водяную ванну так, чтобы вода достигала уровня спирта в цилиндре. Температура ванны 15° С. По прошествии 10 мин. в цилиндр прибавляют 1 см³ раствора, содержащего 0,2 г марганцевокислого калия в 1 л дистиллированной воды и, закрыв пробкой, перемешивают жидкость и ввось погружают цилиндр в ванну.

При стоянии красная окраска смеси постепенно изменяется и наконец достигает желто-розового оттенка согласно специальному типу (см. примечание), появление которого принимается за конец испытания. Для удобства наблюдения за изменением окраски под цилиндр следует подкладывать лист белой бумаги. Время, в течение которого происходит реакция, дает продолжительность окисления или число Ланга (в минутах). Испытуемый спирт не должен подвергаться действию прямых солнечных лучей.

Примечание. Специальный тип для сравнения окрасок готовят следующим образом: 5 см³ раствора 50 г хлористого кобальта в 1 л дистиллированной воды и 7 см³ раствора 40 г азотнокислого уранила в 1 л дистиллированной воды смешивают в мерной колбочке и доводят водой до объема в 100 см³.

5. Содержание альдегидов определяется по сравнению с типичными растворами 0,0005%—0,001%—0,002% и 0,003% уксусного альдегида по объему — так называемыми «альдегидными типами». Испытуемый спирт разбавляют дистиллированной водой до 50%. В цилиндрики наливают по 10 см³ альдегидных типов и разбавленного спирта. Из бюретки быстро добавляют в каждый цилиндр по 4 см³ реактива Молера (фуксин-сернистой кислоты), закрывают пробками, хорошо перемешивают содержимое и ставят цилиндрики в штатив. Через 20 мин. сравнивают окраску испытуемого спирта с альдегидными типами и относят его к тому или иному типу.

6. Содержание сивушных масел определяется сравнением с типичными растворами 0,001%—0,003%—0,005%—0,007% и 0,009% (по объему) изоамилового спирта в отсутствии альдегида (первая серия типов) и в присутствии 0,0005%—0,001%—0,002% и 0,003% уксусного альдегида (вторая, третья, четвертая и пятая серии типов)—так называемыми «изоамиловыми типами». Для определения сивушных масел выбирают ту серию изоамиловых типов, в которой содержание уксусного альдегида отвечает найденному ранее в испытуемом спирте по п. 5.

В колбочки Савалля отмеривают точно по 10 см³ спирта и соответствующих типов, прибавляют в каждую по 25 капель однопроцентного раствора салицилового альдегида в бессивушном и безальдегидном спирте и после взбалтывания приливают по 20 см³ х.-ч. серной кислоты уд. в. 1,84. Кислоту прибавляют осторожно по стенке колбочки так, чтобы, не смешиваясь со спиртом, она расположилась под ним на дне колбочки. После того как кислота налита во все колбочки, содержимое в них быстро смешивают. Через 20 мин. сравнивают окраску испытуемого спирта с изоамиловыми типами и относят спирт к тому или иному типу.

7. Содержание фурфурола. В цилиндр с притертой пробкой и с меткой на 10 см³ отсчитывают из капельницы 10 капель чистого анилина и 3 капли х.-ч. соляной кислоты уд. в. 1,19 и доводят их испытуемым спиртом до метки. Если в течение 10 мин. смесь остается бесцветной, спирт признается выдержавшим испытание.

8. Содержание сложных эфиров. 100 $см^3$ испытуемого спирта разбавляют 100 $см^3$ воды и, смешав, кипятят с обратным холодильником в течение получаса.

После охлаждения, при котором верхняя часть холодильника должна быть закрыта трубкой с натронной известью, раствор титруют 0,1н раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина до появления исчезающего розового окрашивания.

Количество кубических сантиметров щелочи, пошедшей на нейтрализацию кислотности спирта, перечисляют на уксусную кислоту в одном литре спирта по уравнению:

$$X=10 \times 6 \times a,$$

где:

- X —содержание уксусной кислоты в миллиграммах,
 $10 \times a$ — количество 0,1 н раствора щелочи, потребной для нейтрализации кислотности в кубических сантиметрах,
 6 —количество уксусной кислоты, соответствующее 1 $см^3$ 0,1 н раствора щелочи в миллиграммах.

После нейтрализации спирта к содержимому колбы прибавляют 10—20 $см^3$ 0,1 н раствора щелочи и кипятят смесь с обратным холодильником в течение часа.

После охлаждения с теми же мерами предосторожности приливают в колбу из бюретки 0,1 н раствора серной кислоты до исчезновения розового окрашивания и избыток ее обратно оттитровывают щелочью.

Количество кубических сантиметров щелочи, пошедшей на омыление эфиров, перечисляют на уксусно-этиловый эфир в литре спирта по уравнению:

$$Y=10 \times 8,8 \times b,$$

где:

- Y — содержание эфиров в миллиграммах,
 $10 \times b$ — количество 0,1 н раствора щелочи, потребной на их омыление в кубических сантиметрах,
 $8,8$ — количество уксусно-этилового эфира, соответствующее 1 $см^3$ 0,1 н раствора щелочи, в миллиграммах.

Количество щелочи, потребное для омыления эфиров, определяется как разность между числом кубических сантиметров щелочи, израсходованной на омыление до и после титрования

серной кислотой, и числом кубических сантиметров израсходованной кислоты.

При расчете на абсолютный спирт найденное количество уксусной кислоты и уксусно-этилового эфира надо соответственно умножить на 100 и разделить на крепость спирта.

Определение метилового спирта

(По методу Дениже)

Качественное определение

Необходимые химические материалы: 1%-ный раствор марганцевокислого калия, насыщенный на холоду раствор щавелевой кислоты, серная кислота х.-ч. уд. в. 1,84, реактив Гайона (приготовление см. ниже).

Определение: смешивают в пробирке из бесцветного стекла с плоским дном 0,1 см³ исследуемого спирта с 5 см³ 1%-ного раствора марганцевокислого калия и 0,2 см³ чистой серной кислоты уд. в. 1,84.

Спустя 3 мин. к смеси прибавляют 1 см³ раствора щавелевой кислоты (8 г в 100 см³). Когда жидкость приобретает слабо-желтую окраску, прибавляют еще 1 см³ серной кислоты, что ведет к полному обесцвечиванию жидкости.

После этого немедленно прибавляют 5 см³ реактива Гайона, перемешивают и оставляют стоять.

Спустя несколько минут появляется фиолетовая окраска, интенсивность которой зависит от количественного содержания метилового спирта. Ацетальдегид в этих условиях не дает окраски или весьма слабую, которая пропадает уже в течение 15—20 мин.

В тех случаях когда окраска получается мало заметная, что может вызвать сомнения в достоверности определения, пробу исследуемого спирта готовят следующим образом.

100 см³ исследуемого спирта помещают в круглодонную колбу емкостью в 250 см³ с дефлегматором с 3—4 шариками и медленно подвергают перегонке, пока в дистиллат не перейдут первые 10 см³. Этот дистиллат и подвергают исследованию на метиловый спирт. И наконец, когда содержание метилового спирта предполагается весьма незначительное, первые 10 см³, полученные от предыдущей перегонки, подвергают вновь перегонке в колбочке емкостью 50 см³. Колбочку закрывают

пробкой, в которую вставляют изогнутую два раза под углом стеклянную трубку длиной в 75 см и внутренним диаметром 0,5—0,75 см; эта трубка служит холодильником. Жидкость (10 см³) в колбочке нагревают осторожно на малом пламени и отгоняют первый 1 см³ в стеклянный цилиндр емкостью в 10 см³, имеющий деление в 0,5 см³.

Скорость перегонки регулируют так, чтобы нисходящее колено стеклянной трубки, служащей холодильником, оставалось все время холодным.

Качественное исследование полученного отгона в 1 см³, обогащенного алкоголем, дает возможность обнаружить присутствие до 0,0001 % метилового спирта.

Количественное определение

Химические реактивы те же, что и при качественном определении; типовые растворы метилового спирта в 90%-ном бессивушном и безальдегидном этиловом алкоголе с содержанием 0,1—0,2—0,3—0,4—0,6—0,7—1,0 метилового алкоголя в процентах по объему.

Определение ведут так: в одну из пробирок бесцветного стекла с притертой пробкой отмеривают 0,1 см³ исследуемого спирта, а в другие—такие же пробирки по 0,1 см³ типовых растворов, затем прибавляют по 5 см³ 1%-ного раствора марганцевокислого калия и 0,2 см³ серной кислоты, закрывают пробирки пробками, встряхивают одновременно и дают стоять 3 мин.

Дальнейшее прибавление реактивов и последовательность соблюдают так, как это указано при качественном определении.

После прибавления реактива Гайона и взбалтывания пробирки ставят в штатив и через 20—25 мин. сравнивают окраски.

При слабых окрасках рекомендуется вести наблюдение через слой жидкости, открыв пробки и смотря сверху; при этом необходимо следить, чтобы слой жидкости во всех пробирках был одинаковой высоты.

Приготовление реактива Гайона

1 г фуксина растворяется в воде, нагретой до 80°С в стакане, и сливается в литровую колбу. По охлаждении колба наполняется водой до черты.

К полученному количеству раствора краски добавляют 25 см^3 свежеприготовленного раствора кислого сернистого натрия уд. в. 1,262 (30° Боме). Когда жидкость обесцветится до слабо-розовой окраски (по истечении 1—1,5 часа), к ней прибавляют $4,8 \text{ см}^3$ х.-ч. серной кислоты уд. в. 1,84.

Для окончательного обесцвечивания жидкость выдерживают на ярком свете в течение нескольких дней, пока она не станет слабо-желтой.

СО Д Е Р Ж А Н И Е

Стр

ГОСТ 131—41	Спирт этиловый сырец	3
ОСТ НКПП 278	Спирт этиловый ректификованный	10
ГОСТ 239—41	Водка 40%, 50%, 56% и Московская озс- бая 40%	18