

# КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫСШИХ СПИРТОВ

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2002

**Поправка к ГОСТ 14138—76\* Коньячные и плодовые спирты. Метод определения высших спиртов**

| В каком месте               | Напечатано   | Должно быть  |
|-----------------------------|--|--|
| Вводная часть. Первый абзац | на коньяки, кальвадосы, коньячные спирты и плодовые спирты   | на коньячные, винные, виноградные, фруктовые (плодовые) дистилляты; коньяки; кальвадосы и фруктовые (плодовые) водки (далее — продукт) |
| там же                      | Стандарт не распространяется на ректифицированный плодовый спирт   | —  |
| третий абзац                | Требования настоящего стандарта являются обязательными.  | —  |
| Пункт 4.1. Первый абзац     | коньяк, кальвадос, окрашенный коньячный или плодовый спирт   | окрашенный продукт   |
| второй абзац                | коньячном или плодовом спирте  | продукте   |
| третий абзац                | Дистиллят коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или бесцветный коньячный или плодовый спирт | Бесцветный продукт или дистиллят окрашенного продукта  |
| Пункт 5.1                   | в коньяках, кальвадосах, коньячных или плодовых спиртах  | в продукте   |

\* Поправка действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 2 2013 г.)

## 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 плодово-спирты с объемной долей этилового спирта не менее 40 % и устанавливает колориметрический метод определения высших спиртов с пара-диметиламинобензальдегидом. Стандарт не распространяется на ректифицированный 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 Кельдаля 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 ректифицированный по ГОСТ 5962\*\*\*, раствор с объемной долей 40 %;

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

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.

навеску пара-диметиламинобензальдегида массой 2,00 г растворяют в серной кислоте в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>

Навеску изоамилового спирта массой 1,000 г растворяют в 4—6 см<sup>3</sup> раствора этилового спирта с объемной долей 40 % и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> и доводят до метки точно так же, как изоамиловый спирт.

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отмеривают 10 см<sup>3</sup> раствора изоамилового спирта и 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> отмеривают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> безводного спирта.

По 0,5 см<sup>3</sup> приготовленных растворов сравнения отмеривают в колбы Кильдаля вместимостью 50 см<sup>3</sup> или в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Колбы помещают в баню со льдом и в каждую, не вынимая из бани, вносят при осторожном помешивании по 10 см<sup>3</sup> 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 фотозелектролориметре при сине-зеленом светофильтре ( $\lambda_{\max} = 490 \pm 10$  нм) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 3 мм.

Контрольный раствор готовят точно так же, как растворы сравнения, только вместо 0,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, переносят в перегонную колбу (круглодонную или плоскодонную) и начинают перегонку. Приемник 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<sup>3</sup> полученного раствора отмеряют в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %. Из этого раствора отмеряют 0,5 см<sup>3</sup> в колбу Кильдаля или мерную колбу и определяют содержание высших спиртов, как указано в п. 3.2.

П р и м е ч а н и е. При массовой концентрации высших спиртов более 400 мг/см<sup>3</sup> безводного спирта отмеряют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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)

**к ГОСТ 14138—76 Коньячные и плодовые спирты. Метод определения высших спиртов**

| В каком месте                           | Напечатано                                   | Должно быть  |
|---|--|--|
| Вводная часть. Первый абзац             | на коньячные спирты и плодовые спирты        | на коньяки, кальвадосы, коньячные спирты и плодовые спирты                           |
| Пункт 4.1. Первый абзац<br>третий абзац | окрашенный коньячный<br>Дистиллят коньячного | коньяк, кальвадос, окрашенный коньячный<br>Дистиллят коньяка, кальвадоса, коньячного |
| Пункт 5.1. Первый абзац                 | в коньячных                                  | в коньяках, кальвадосах, коньячных   |

(ИУС № 5 2007 г.)

**Поправка к ГОСТ 14138—76\* Коньячные и плодовые спирты. Метод определения высших спиртов**

| В каком месте               | Напечатано   | Должно быть  |
|-----------------------------|--|--|
| Вводная часть. Первый абзац | на коньяки, кальвадосы, коньячные спирты и плодовые спирты   | на коньячные, винные, виноградные, фруктовые (плодовые) дистилляты; коньяки; кальвадосы и фруктовые (плодовые) водки (далее — продукт) |
| там же                      | Стандарт не распространяется на ректифицированный плодовый спирт   | —  |
| третий абзац                | Требования настоящего стандарта являются обязательными.  | —  |
| Пункт 4.1. Первый абзац     | коньяк, кальвадос, окрашенный коньячный или плодовый спирт   | окрашенный продукт   |
| второй абзац                | коньячном или плодовом спирте  | продукте   |
| третий абзац                | Дистиллят коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или бесцветный коньячный или плодовый спирт | Бесцветный продукт или дистиллят окрашенного продукта  |
| Пункт 5.1                   | в коньяках, кальвадосах, коньячных или плодовых спиртах  | в продукте   |

\* Поправка действует на территории Российской Федерации.

(ИУС № 2 2013 г.)