

# КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРЕДНИХ ЭФИРОВ

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2009

## КОНЬЯЧНЫЕ И ПЛОДОВЫЕ СПИРТЫ

## Метод определения средних эфиров

ГОСТ  
14139—76

Cognac and fruit spirits.

Method for the determination of medium ethers

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 плодовый 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 с (NaOH или КОН) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор с ( $1/2$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)=0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и переносят в перегонную колбу (плоскодонную или круглодонную). Приемником служит та же мерная колба, в которую наливают 5—6 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 плодовом спирте определяют без перегонки.

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

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 50 см<sup>3</sup> дистиллята коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, перемешивают, колбу закрывают прищипованной 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 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

15 — объем раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, взятый для омыления, см<sup>3</sup>;

8,8 — масса этилового эфира уксусной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, мг;

50 — объем коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта или его дистиллята, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

100 — коэффициент для пересчета на 100 см<sup>3</sup> коньяка, кальвадоса, коньячного или плодового спирта;

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

100 — коэффициент для пересчета на 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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)