

ГОСТ 3629-47

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й Й С Т А Н Д А Р Т

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СПИРТА (АЛКОГОЛЯ)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

ГОСТ
3629—47Метод определения спирта
(алкоголя)Взамен
ОСТ ВКС 7761
в части методов
определения
содержания спирта

Milk products.

Method of alcohol determination

МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов при Совете Министров Союза ССР 15 апреля 1947 г. Дата введения установлена

01.09.47

Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.91 № 2330 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты и устанавливает метод определения этилового спирта в кефире и кумысе.

Метод основан на определении при помощи пикнометра относительной массы (d_{20}^{20}) раствора отгона, полученного из продукта.Относительной массой раствора отгона (d_{20}^{20}) называется отношение массы раствора отгона, определенной при температуре 20 °С, к массе воды в том же объеме и при той же температуре.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1—2. (Исключены, Изм. № 1).

3. Отбор проб кефира и кумыса и подготовку их для испытаний производят по ГОСТ 3622—68, ГОСТ 26809—86.

4. (Исключен, Изм. № 1).

5. Аппаратура, материалы и реактивы:

пикнометр по ГОСТ 22524—77, вместимостью от 25 до 50 см³;

весы лабораторные 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, поверочная цена деления 0,001 г по ГОСТ 24104—88* (для взвешивания пикнометров);

весы лабораторные 4-го класса точности, наибольший предел взвешивания 500 г, поверочная цена деления 0,1 г по ГОСТ 24104—88 (для взвешивания продукта);

секундомер механический;

шкаф сушильный электрический, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 40 до 200 °С, с допускаемыми отклонениями ± 1 °С от заданной;термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 15 до 25 °С, с допускаемыми отклонениями $\pm 0,1$ °С от заданной;

термометр ртутный стеклянный, диапазон измерения от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С по ГОСТ 28498—90;

экспиратор исполнения I по ГОСТ 25336—82;

стаканы стеклянные исполнения I или 2 по ГОСТ 25336—82;

пипетка вместимостью 10 см³ по документации по стандартизации;колба для перегонки типа К, исполнения 1, вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82;колба мерная исполнения 1 или 2, вместимостью 100 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

палочка стеклянная;

штатив;
 бумага универсальная индикаторная или бумага лакмусовая;
 бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;
 натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, 0,5 н. растворы;
 калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75 или калия бихромат технический по ГОСТ 2652—78;
 кислота серная техническая по ГОСТ 2184—77;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, бидистиллированная.
 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6. «Водным числом» пикнометра называется масса воды в объеме данного пикнометра. По настоящему методу «водное число» должно определяться при температуре 20 °С.

7. Пикнометр тщательно промывают последовательно слабым спиртовым раствором щелочи, водой, хромовой смесью и вторично водой, после чего высушивают при температуре 100—105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Во взвешенный предварительно пикнометр приливают посредством пипетки или стеклянной трубы с оттянутым капилляром воду до уровня немного выше метки.

Для приготовления хромовой смеси взвешивают 50—60 г двухромовокислого калия, добавляют к 1 дм³ серной кислоты и перемешивают до полного растворения.

8. Пикнометр с водой подвешивают посредством тонкой нитки к стеклянной палочке, положенной на кольцо штатива, и опускают в стакан с водой, которая должна быть приблизительно на одном уровне с водой пикнометра. Для большей устойчивости температуры внутри стакана его помещают в терmostат.

9. Во время проведения определения температура воды в стакане и терmostате должна быть (30,0 ± 0,2) °С.

10. Через 40 мин посредством фильтровальной бумаги или трубы с оттянутым капилляром мениск пикнометра устанавливают точно на метке, после чего пикнометр закрывают пробкой, вынимают из стакана, тщательно вытирают снаружи фильтровальной бумагой и взвешивают.

11. «Водное число» пикнометра P_w вычисляют по формуле

$$P_w = m_2 - m_1,$$

где m_1 — масса пустого пикнометра с пробкой, г;

m_2 — масса пикнометра с водой и пробкой, г.

7—11. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

12. 100 г продукта отвешивают в колбе для перегонки с погрешностью не более 0,1 г, прибавляют в колбу с продуктом по каплям раствор гидроокиси натрия (калия) до нейтральной или слабошелочной реакции (по лакмусовой бумаге), помещают несколько стеклянных капилляров и закрывают колбу пробкой.

П р и м е ч а н и е. Допускается нейтрализация навески продукта по расчету, если имеются данные по кислотности пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

13. Колбу для перегонки соединяют с обратным холодильником и медленно проводят перегонку при умеренном нагревании. В качестве приемника применяют мерную колбу вместимостью в 100 см³. Отгонку прекращают после заполнения колбы приблизительно на $\frac{2}{3}$ объема.

14. В случае получения не вполне чистого отгона, его переводят количественно в чистую колбу для перегонки, в которой объем отгона доводят водой приблизительно до 100 см³, и производят вторичную перегонку по п. 13.

15. По окончании перегонки мерную колбу с отгоном дополняют водой до метки и тщательно перемешивают.

16. Помоществом пипетки или трубы с оттянутым капилляром в пикнометр, предварительно взвешенный и подготовленный по п. 6, приливают из мерной колбы раствор отгона до уровня немного выше метки и производят определение по п. 8, 9 и 10.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

17. Относительную массу раствора отгона d_{20}^{20} вычисляют по формуле

$$d_{20}^{20} = \frac{m_3 - m_1}{P_w},$$

где m_1 — масса пустого пикнометра с пробкой, г; m_3 — масса пикнометра с раствором отгона, г; P_w — «водное число» пикнометра.

18. Расхождение между параллельными определениями относительной массы раствора отгона должно быть не более 0,0002.

19. Массовую долю спирта в продукте находят по относительной массе (см. приложение).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ

ТАБЛИЦА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СПИРТА
ПО ОТНОСИТЕЛЬНОЙ МАССЕ (d_{20}^{20}) ВОДНО-СПИРТОВЫХ СМЕСЕЙ

| Относительная масса водно- спиртовой смеси d_{20}^{20} | Массовая доля спирта в продукте, % | Относительная масса водно- спиртовой смеси d_{20}^{20} | Массовая доля спирта в продукте, % | Относительная масса водно- спиртовой смеси d_{20}^{20} | Массовая доля спирта в продукте, % |
|---|--|---|--|---|--|
| 1,0000 | 0,00 | 0,9969 | 1,66 | 0,9939 | 3,33 |
| 0,9999 | 05 | 8 | 71 | 8 | 38 |
| 8 | 10 | 7 | 77 | 7 | 44 |
| 7 | 16 | 6 | 82 | 6 | 50 |
| 6 | 21 | 5 | 88 | 5 | 56 |
| 5 | 26 | 4 | 93 | 4 | 61 |
| 4 | 32 | 3 | 98 | 3 | 67 |
| 3 | 37 | 2 | 2,04 | 2 | 73 |
| 2 | 42 | 1 | 09 | 1 | 78 |
| 1 | 48 | 0 | 15 | 0 | 84 |
| 0 | 53 | 9959 | 20 | 9929 | 90 |
| 9989 | 59 | 8 | 26 | 8 | 96 |
| 8 | 64 | 7 | 32 | 7 | 4,02 |
| 7 | 69 | 6 | 37 | 6 | 08 |
| 6 | 74 | 5 | 43 | 5 | 14 |
| 5 | 80 | 4 | 48 | 4 | 20 |
| 4 | 85 | 3 | 54 | 3 | 26 |
| 3 | 90 | 2 | 59 | 2 | 31 |
| 2 | 96 | 1 | 65 | 1 | 37 |
| 1 | 1,01 | 0 | 70 | 0 | 43 |
| 0 | 06 | 9949 | 76 | 9919 | 49 |
| 9979 | 12 | 8 | 82 | 8 | 55 |
| 8 | 17 | 7 | 87 | 7 | 61 |
| 7 | 23 | 6 | 93 | 6 | 67 |
| 6 | 28 | 5 | 98 | 5 | 73 |
| 5 | 34 | 4 | 3,04 | 4 | 79 |
| 4 | 39 | 3 | 10 | 3 | 85 |
| 3 | 44 | 2 | 16 | 2 | 91 |
| 2 | 50 | 1 | 21 | 1 | 97 |
| 1 | 55 | 0 | 27 | 0 | 5,03 |
| 0 | 60 | | | | |