

## ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

## Метод определения спирта

ГОСТ  
5896—51Confectionery.  
Method for determination of alcohol

МКС 67.180.10

Утвержден Управлением по стандартизации при Совете Министров Союза ССР 3 июля 1951 г. Дата введения установлена

15.10.51

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и устанавливает метод определения этилового спирта в ликерных начинках и корпусах конфет.

Метод основан на определении при помощи пикнометра плотности ( $d_{20}^{20}$ ) раствора спирта, отогнанного из водного раствора продукта.

Плотностью раствора ( $d_{20}^{20}$ ) называется отношение массы раствора, определенной при температуре 20 °С, к массе воды в том же объеме и при той же температуре.

Отбор лабораторных проб и подготовку их для испытаний производят по ГОСТ 5904—82.

Результаты взвешивания пикнометра записывают до четвертого знака после запятой.

**I. Аппаратура, материалы и реактивы**

Пикнометр по ГОСТ 22524—77 типа ПЖ2, вместимостью 25, 50 см<sup>3</sup>, с горловиной диаметром 6 мм.

Холодильник со вставной трубкой по ГОСТ 25336—82 длиной около 50 см.

Колба перегонная по ГОСТ 25336—82, типа Кп, вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Колба наливная, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.,  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а.,  $c(\text{KOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88\*, не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или любые другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, не ниже 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг или любые другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498—90 и нормативно-технической документации.

Термостат или водяная баня.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание с Изменением № 1, утвержденным в июле 1985 г. (ИУС 11—85).

## I. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. «Водным числом» пикнометра называется масса воды в объеме данного пикнометра. При настоящем методе «водяное число» должно определяться при температуре 20 °С.

3. Пикнометр тщательно промывают (последовательно) слабым спиртовым раствором щелочи, хромовой смесью и водой, высушивают при температуре 100—105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0015 г.

4. В предварительно взвешенный сухой пикнометр вливают посредством пипетки или стеклянной трубки с оттянутым капилляром воду до уровня немного выше метки.

5. Пикнометр с водой опускают в ванну с водой, уровень которой должен быть приблизительно одинаков с уровнем воды, находящейся в пикнометре.

6. Во время определения температура воды в ванне должна быть  $(20 \pm 0,5)$  °С.

7. Через 30 мин, посредством полоски фильтровальной бумаги или трубки с оттянутым капилляром, мениск пикнометра устанавливают точно на метке, после чего пикнометр закрывают пробкой, вынимают из стакана, тщательно обтирают досуха, помещают в шкаф аналитических весов и через 15 мин взвешивают. Наполнение пикнометра водой, установку мениска и взвешивание повторяют три раза и определяют среднюю арифметическую величину. Расхождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,005 г.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8. «Водное число» пикнометр ( $q$ ) вычисляют по формуле

$$q = m_1 - m_0,$$

где  $m_0$  — масса пустого пикнометра с пробкой в г;

$m_1$  — масса пикнометра с водой и пробкой в г.

## II. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

9. Навеску исследуемого изделия в количестве 15—25 г отвешивают с погрешностью не более 0,01 г и переносят в перегонную колбу из расчета, чтобы общий объем жидкости был в пределах 100—105 см<sup>3</sup>.

10. Жидкость в колбе нейтрализуют по лакмусу раствором гидроксида натрия или по расчету, если определялась кислотность.

11. Колбу присоединяют к холодильнику и, медленно нагревая, ведут отгонку, применяя в качестве приемника мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Перегонку заканчивают, когда приемная колба заполнится приблизительно на 3/4 объема.

В случае получения не вполне чистого дистиллята, его разводят водой приблизительно до 100 см<sup>3</sup> и производят вторичную перегонку.

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

12. Посредством сухой пипетки или трубки с оттянутым капилляром в пикнометр приливают из мерной колбы водно-спиртовой раствор до уровня немного выше метки и производят определение по пп. 5—7.

## III. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

13. Плотность (относительная) водно-спиртового раствора ( $d_{20}^{20}$ ) вычисляют по формуле

$$d_{20}^{20} = \frac{m_1 - m_0}{q},$$

где  $m_0$  — масса пустого пикнометра с пробкой в г;

$m_1$  — масса пикнометра с водно-спиртовым раствором в г;

$q$  — «водное число» пикнометра.

Результат вычисляют до пятого знака после запятой и округляют до четвертого знака.

14. Массу спирта в 100 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора находят по плотности (см. таблицу).

Масса спирта, определяемая по плотности водно-спиртового раствора

Плотность водно-спиртового раствора $d_{20}^{20}$	Масса спирта в 100 см <sup>3</sup> водно-спиртового раствора, г	Плотность водно-спиртового раствора $d_{20}^{20}$	Масса спирта в 100 см <sup>3</sup> водно-спиртового раствора, г	Плотность водно-спиртового раствора $d_{20}^{20}$	Масса спирта в 100 см <sup>3</sup> водно-спиртового раствора, г
1,0000	0,00				
0,9999	05	0,9989	0,59	0,9979	1,12
8	10	8	64	8	17
7	16	7	69	7	23
6	21	6	74	6	28
5	26	5	80	5	34
4	32	4	85	4	39
3	37	3	90	3	44
2	42	2	96	2	50
1	48	1	1,01	1	55
0	53	0	06	0	60
0,9969	1,66	0,9949	2,76	0,9929	3,90
8	71	8	82	8	96
7	77	7	87	7	4,02
6	82	6	93	6	08
5	88	5	98	5	14
4	93	4	3,04	4	20
3	98	3	10	3	26
2	2,04	2	16	2	31
1	09	1	21	1	37
0	15	0	27	0	43
0,9959	20	0,9939	33	0,9919	49
8	26	8	38	8	55
7	32	7	44	7	61
6	37	6	50	6	67
5	43	5	56	5	73
4	48	4	61	4	79
3	54	3	67	3	85
2	59	2	73	2	91
1	65	1	78	1	97
0	70	0	84	0	5,03

15. Массовую долю спирта, содержащегося в изделии, в процентах ( $X$ ) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где  $m$  — масса спирта, найденная по таблице, г;

$m_1$  — масса навески исследуемого вещества, г.

Результат вычисляют до второго знака после запятой и округляют до первого знака после запятой. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Пределы отклонений результатов определения не должны превышать 0,5 % массовой доли спирта ( $P = 0,95$ ).

(Измененная редакция, Изм. № 1).