



ДСТУ 4181:2003

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПИРТ ЕТИЛОВИЙ РЕКТИФІКОВАНИЙ І СПИРТ ЕТИЛОВИЙ — СИРЕЦЬ

Правила приймання і методи випробовування

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів (УкрНДІспиртбіопрод)

РОЗРОБНИКИ: **В. Янчевський**, д-р техн. наук, академік; **С. Олійнічук**, д-р техн. наук, академік; **Є. Міхненко**, канд. техн. наук; **Н. Нагурна**, канд. техн. наук; **Г. Кизюн**, канд. техн. наук; **К. Дремлюга**; **Є. Писарєв**, канд. хім. наук; **І. Гогоман**, канд. техн. наук; **Н. Булах**

2 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного комітету України з технічного регулювання та споживчої політики України від 16 травня 2003 р. № 85

3 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні чинності ГОСТ 5964–93)

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати цей документ повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України.

Держспоживстандарт України, 2004

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Правила приймання	2
5 Відбирання проб	3
6 Методи випробовування	4
6.1 Визначання органолептичних показників	4
6.1.1 Визначання кольору та прозорості	4
6.1.2 Визначання смаку та запаху	4
6.2 Визначання об'ємної частки спирту етилового	4
6.3 Визначання проби на чистоту	6
6.4 Визначання проби на фурфурол	6
6.5 Визначання окислюваності спирту	8
6.6 Визначання масової концентрації альдегідів	9
6.7 Визначання масової концентрації сивушного масла	10
6.8 Визначання масової концентрації кислот	15
6.9 Визначання масової концентрації органічних речовин, що омилуються	16
6.10 Визначання масової концентрації естерів	18
6.11 Визначання об'ємної частки метилового спирту	20
6.12 Визначання масової концентрації сухого залишку	22
6.13 Визначання вмісту важких металів і миш'яку	22
7 Газохроматографічний метод визначання вмісту мікрокомпонентів у спирті етиловому ректифікованому	23
8 Контроль якості результатів вимірювань під час виконання випробовування спирту	23
Додаток А Поправкові значення оптичної густини залежно від масової концентрації альдегідів	25
Додаток Б Бібліографія	26

71.080.60

до ДСТУ 4181:2003

Спирт етиловий ректифікований і спирт етиловий-сирець.
Правила приймання і методи випробувань

Місце поправки	Надруковано	Повинно бути
Додаток А «Бібліографія», п.2	Таблиці для визначання об'ємної частки спирту в водно-спиртових розчинах. Київ:2001	Таблицы спиртометрические. Справочное пособие. УкрНИИспиртбиопрод. К.2002

(ІПС № 10–2004)

*(в частині Б "Відбирання проб") є від 01.10.2009 на терм. Укр.
зам-ся на ДСТУ 5043:2008 інс. 8/08 Звук-дб.02.09*

ДСТУ 4181:2003

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПИРТ ЕТИЛОВИЙ РЕКТИФІКОВАНИЙ І СПИРТ ЕТИЛОВИЙ — СИРЕЦЬ

Правила приймання і методи випробувань

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ — СЫРЕЦ

Правила приемки и методы испытаний

RECTIFIED ETHYL ALCOHOL AND GRUDE ETHYL ALCOHOL

Acceptance rules and test methods

см. нонр.

Чинний від 2004–03–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на спирт етиловий ректифікований та спирт етиловий — сирець і встановлює правила приймання і методи випробування.

Положення цього стандарту застосовують усі суб'єкти підприємницької діяльності, що діють в Україні, незалежно від форм власності та організаційно-правових форм господарювання, які виконують роботи в означеній сфері.

Стандарт придатний для оцінювання відповідності.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі стандарти:

ДСТУ 3296–95 Виробництво етилового спирту з харчової сировини. Терміни та визначення
ДСТУ 4222:2003 Горілки, спирт етиловий та водно-спиртові розчини. Газохроматографічний метод визначення вмісту мікрокомпонентів

ГОСТ 195–77 Натрий сернисто-кислый. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2874–82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 3118–77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4147–74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5456–79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5819–78 Анилин. Технические условия

ГОСТ 6552–80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

Видання офіційне

★

- ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147–80 Е Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10652–73 Соль динатриевая этилендиамина — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 10930–74 Фурфурол. Технические условия
ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13646–68 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия
ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14919–88 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 14961–91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия
ГОСТ 18481–81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 20490–75 Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 26927–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути
ГОСТ 26929–94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов
ГОСТ 26930–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения мышьяка
ГОСТ 26932–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца
ГОСТ 26933–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия
ГОСТ 26934–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения цинка
ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29227–91 (ISO 835-1:1981) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251–91 (ISO 385-1:1984) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29252–91 (ISO 385-2:1984) Посуда лабораторная стеклянная. Часть 2. Бюретки без времени ожидания
ГОСТ 30178–96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті застосовано терміни та відповідні визначення згідно з ДСТУ 3296.

Спирт етиловий ректифікований містить такі компоненти (у квадратних дужках наведено реєстраційні номери CAS, у круглих дужках — назви хімічних сполук згідно з номенклатурою IUPAC) [1]: оцтовий альдегід — (етаналь) [75-07-0], оцтовоетиловий естер — (етилацетат) [141-78-6], метиловий спирт (метанол) [67-56-1], пропіловий спирт — (1-пропанол) [71-23-8], ізопропіловий спирт — (2-пропанол) [67-63-0], ізобутиловий спирт — (2-метил-пропанол-1) [78-83-1], бутиловий спирт — (1-бутанол) [71-36-3], ізоаміловий спирт — (суміш ізомерів 2-метилбутанолу-1 та 3-метилбутанолу-1) [123-51-3], оцтова кислота — (метанкарбонова кислота) [64-19-7], фурфурол — (фурфураль) [98-01-1].

4 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

4.1 Спирт приймають партіями. Партією вважають будь-яку кількість спирту одного сорту, однієї дати розливу, яка оформлена одним документом про якість за встановленою формою.

4.1.1 Документ про якість повинен містити:

- назву підприємства-виробника та його місце перебування;
- код виробника, номер ліцензії;
- позначення нормативного документа на спирт;
- назву сорту спирту та вид вихідної сировини;
- кількість спирту в партії в декалітрах;
- дату видачі документа про якість;
- результати аналізу.

4.2 У разі транспортування спирту в цистернах та контейнерах кожне вмістище з них приймають за партію.

4.3 Перевірці відповідності пакування, маркування вимогам нормативних документів підлягає кожен бутель, а також кожна каністра, бочка і цистерна зі спиртом.

4.4 Для перевірки якості спирту, розфасованого у бутлі, каністри та бочки, відбирають методом випадкового відбору 10 % пакування із партії спирту, але не менше трьох пакувань.

4.5 Спирт, який транспортують в цистернах та контейнерах і який призначений для тривалого зберігання органами Державного комітету України з державного матеріального резерву (далі — Держкомрезерву), під час приймання належить перевірити за показниками, які наведені у чинній інструкції.

4.6 У разі одержання незадовільних результатів органолептичних і фізико-хімічних випробувань, принаймні одного з показників, партію спирту бракують.

5 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

5.1 Для складання об'єднаної проби із бутлів, каністр та бочок після ретельного перемішування відбирають точкові проби об'ємом не меншим ніж 0,2 дм³. З цистерни та контейнера відбирають пробовідбірником точкові проби об'ємом не менше ніж 0,2 дм³ від верхнього, середнього та нижнього шарів спирту.

Точкові проби поміщають у чисту склянку попередньо споліснуту тим самим спиртом, і старанно перемішують.

5.2 Об'єм об'єднаної проби повинен бути не меншим ніж 1,5 дм³.

5.3 Об'єднану пробу розливають у три чисті сухі пляшки місткістю по 0,5 дм³, попередньо споліснуті тим самим спиртом, і щільно закривають поліетиленовими корками.

5.4 Частину об'єднаної проби в кількості двох пляшок опечатають заводською печаткою або пломбують і зберігають для проведення випробувань у випадку виникнення розбіжності в оцінці якості спирту. Цю частину об'єднаної проби зберігають до закінчення реалізації партії спирту. Третю пляшку з частиною об'єднаної проби спирту направляють в лабораторію для проведення випробувань.

5.5 Горловина кожної з трьох пляшок з об'єднаною пробкою повинна бути обгорнута клаптиком тканини або целофану й обов'язково обв'язана нитками лляними або лляними з хімічними волокнами, згідно з ГОСТ 14961, кінці яких скріплені пломбою або заводською печаткою на картонній бирці з прошнурованою етикеткою.

На етикетці повинно бути вказано:

- назва підприємства-виробника та його місцезнаходження;
- назва сорту спирту та виду вихідної сировини;
- кількість спирту в партії, від якої відібрана проба в декалітрах;
- номер документа про якість партії спирту і номер акта про відвантаження;
- дата відбирання проби;
- прізвища та підписи осіб, які відбирали пробу.

У разі відбирання проби з цистерни або контейнера на етикетці необхідно додатково вказати номер цистерни або контейнера для спирту.

6 МЕТОДИ ВИПРОБОВУВАННЯ

6.1 Визначання органолептичних показників

Принцип методу полягає в оцінюванні забарвленості, прозорості, запаху та смаку спирту, які встановлюють органолептично.

Органолептичне оцінювання спирту здійснюють в світлому, добре провітреному приміщенні без сторонніх запахів.

6.1.1 Визначання кольору та прозорості

В основу методу покладено візуальне порівняння досліджуваного спирту та дистильованої води в прохідному світлі.

6.1.1.1 Апаратура, посуд

Штатив для пробірок

Пробірки типу П1 або П2 згідно з ГОСТ 25336

Піпетки 1-2-2-10 згідно з ГОСТ 29227

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709

6.1.1.2 Проведення визначання

У дві однакові за розміром і однорідні за забарвленням скла пробірки наливають по 10 см³: в одну — досліджуваного спирту, в другу — дистильованої води. Порівнюють вміст пробірок в прохідному розсіяному світлі, встановлюють різні відхили від кольору і визначають наявність механічних домішок в досліджуваному спирті.

6.1.2 Визначання смаку та запаху

В основу методу покладено органолептичне оцінювання смаку і запаху досліджуваного спирту.

6.1.2.1 Апаратура, посуд

Термометри рідинні, скляні з ціною поділки 0,1 або 0,5 °С з діапазоном вимірювань від 0 до 50 °С згідно з ГОСТ 28498.

Бокали дегустаційні місткістю від 100 до 150 см³

Склянка місткістю 500 см³ з пришліфованим корком

Вода, згідно з ГОСТ 2874, пом'якшена (виправлена).

6.1.2.2 Проведення визначання

Спирт, що випробовують, поміщають в склянку місткістю 500 см³ з пришліфованим корком, розбавляють пом'якшеною водою до об'ємної частки спирту 40 % за температури (20 ± 2) °С. Одержаний водно-спиртовий розчин ретельно перемішують. Наливають в дегустаційний бокал близько 30 см³ розбавленого спирту за температури (20 ± 2) °С і відразу визначають запах і смак. Засідання дегустаційної комісії не проводять, якщо на засідання прийшло менше ніж 2/3 затвердженого складу.

Органолептичні показники ректифікованого етилового спирту оцінюють за десятибальною системою. Вищу оцінку у 10 балів присвоюють спирту за таких умов:

— за колір і прозорість — якщо він бездоганно безбарвний і прозорий — 2 бали;

— за запах — має характерний, чисто спиртовий запах, за відсутності будь-якого стороннього відтінку — 4 бали;

— за смак — має характерний смак, без різкої пекучості, за умов відсутності гіркої та солодкої присмаку — 4 бали.

Якщо є спирти-еталони, проводять випробовування методом порівняння. Одночасно дозволено дегустувати не більше 5 зразків спирту. У цьому разі треба дотримуватись такої послідовності сортів спирту — «Пшенична сльоза», «Люкс», «Екстра», «Вищої очистки».

6.1.2.3 Обробляння результатів

Обробляння результатів дегустаційної оцінки проводять таким чином: спочатку розраховують середнє арифметичне значення всіх оцінок, які представлені дегустаторами для кожного зразка з округленими до першого знака після коми; потім оцінки дегустаторів, які відрізняються від розрахованого середнього значення величини більше 1,0 бала відкидають. З оцінок, які залишилися, повторно розраховують середнє значення, яке і є остаточною бальною оцінкою даного зразка спирту.

6.2 Визначання об'ємної частки спирту етилового

Принцип методу полягає у визначанні об'ємної частки спирту за густиною скляним ареометром для спирту типу АСП-1 або АСП-2 (БС 1 і БС 2).

6.2.1 Аппаратура, посуд

Ареометри для спирту АСП-1, АСП-2 згідно з ГОСТ 18481

Термометри рідинні скляні з ціною поділки 0,1 °С, з діапазоном вимірювань від 0 до 50 °С згідно з ГОСТ 28498

Циліндри скляні для ареометрів місткістю 500 см³ згідно з ГОСТ 18481.

6.2.2 Підготовка до вимірювання

6.2.2.1 Ареометри та необхідний скляний посуд потрібно обмити чистим етиловим спиртом з об'ємною часткою не нижчою ніж 95 %. Скляний циліндр для ареометра потрібно вимити хромовою сумішшю, теплою питною водою та сполоснути дистильованою водою, а потім досліджуваним спиртом. Не можна торкатись руками внутрішньої поверхні циліндра. Промиті ареометри витримують на повітрі, поки вони не висохнуть.

Після підготовки ареометра до вимірювання не можна торкатися його робочої частини. За необхідності ареометр беруть за верхній кінець стрижня, вільний від шкали. Термометри та мішалки, підготовлені до вимірювання, зберігають у циліндрі, який закритий покривним склом.

6.2.2.2 З метою запобігання утворенню пухирців повітря, досліджуваний спирт наливають у циліндр по стінці.

6.2.2.3 Перед визначанням об'ємної частки спирту досліджуваний спирт треба ретельно перемішати мішалкою, перемішуючи його не менше п'яти разів вгору і вниз по всій висоті стовпа рідини, не виймаючи її із спирту. Вимірювання об'ємної частки спирту проводять за відсутності пухирців повітря в досліджуваному спирті.

6.2.2.4 Перед визначанням об'ємної частки спирту необхідно виміряти температуру t_1 досліджуваного спирту. Визначання об'ємної частки спирту в технологічних цілях можна проводити в діапазоні температур від мінус 25 до 40 °С. Визначання об'ємної частки спирту для обліку здійснюють за кімнатної температури.

6.2.3 Проведення вимірювання

6.2.3.1 Для визначання об'ємної частки спирту ареометр беруть за верхній кінець стрижня, вільного від шкали, та опускають в досліджуваний спирт, занурюючи його до тих пір, поки до передбачуваної відмітки ареометричної шкали не залишиться (3—4) мм, потім дають змогу ареометру вільно коливатись. Через 3 хв знімають відлік показів ареометра. Якщо ареометр занурився в досліджуваний спирт більше ніж на 5 мм по відношенню до передбаченої відмітки шкали, то його виймають, протирають лляним рушником і вимірювання повторюють.

Якщо ареометр під час занурювання в досліджуваний спирт не коливається вдовж своєї вісі, то необхідно підняти його на (3—4) мм і знову опустити.

Ареометр має бути розташований у досліджуваному спирті таким чином, щоб він не торкався стінок циліндра.

Відлік показів ареометра проводять по нижньому рівню меніска з точністю до 0,2 найменшої поділки.

Потім знову вимірюють температуру t_2 досліджуваного спирту. За температуру t досліджуваного спирту приймають середнє арифметичне значення температур t_1 і t_2 .

6.2.3.2 Ареометр виймають із досліджуваного спирту, витирають лляним рушником та повторюють вимірювання відповідно до 6.2.3.1. Під час підготовки ареометра до повторного вимірювання циліндр з досліджуваним спиртом повинен бути накритий покривним склом.

Об'ємну частку спирту, який призначено для тривалого зберігання органами Держкомрезерву, визначають у діапазоні температур від мінус 25 до 40 °С.

6.2.4 Оброблення результатів

Об'ємну частку спирту обчислюють за таблицями для визначання вмісту етилового спирту в водно-спиртових розчинах [2].

Якщо покази скляних ареометрів для спирту є табличними значеннями, то об'ємну частку спирту знаходять безпосередньо за таблицею. Якщо покази ареометрів є проміжними, то для визначання об'ємної частки спирту проводять лінійну інтерполяцію.

В досліджуваній пробі визначають об'ємну частку спирту φ_1 за температури 20 °С по першому відліку ареометра і значенню температури. Аналогічно визначають об'ємну частку спирту φ_2 у разі повторного вимірювання.

Розрахунки під час визначання об'ємної частки спирту для обліку проводять до сотих доль відсотка спирту за об'ємом, у всіх інших випадках — до десятих доль відсотка.

За об'ємну частку спирту приймають середнє арифметичне двох значень об'ємної частки спирту, одержаних під час паралельних визначань, якщо розходження між ними не перевищує 0,06 %.

6.2.5 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Значення нормативів контролю похибки визначання об'ємної частки спирту наведено в таблиці 1.

Таблиця 1 — Значення нормативів контролю похибки визначання об'ємної частки спирту

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), $n = 2, P = 0,95$	Відтворюєність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
0,06 %	0,12 %	$\pm 0,06$ %

Нижня границя вимірювання (LOD) — 0,5 %.

6.3 Визначання проби на чистоту

Метод базується на реакції сторонніх органічних мікродомішок спирту з концентрованою сірчаною кислотою.

6.3.1 Апаратура і реактиви

Плитка електрична побутова згідно з ГОСТ 14919

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Колба 2-50-2 згідно з ГОСТ 1770

Піпетка 1-2-2-10 згідно з ГОСТ 29227

Пробірки місткістю 25 см³ з пришліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Циліндр 2-50 згідно з ГОСТ 1770

Кислота сірчана, х. ч., що витримує пробу Саваля, згідно з ГОСТ 4204, концентрована

6.3.2 Проведення визначання

10 см³ досліджуваного спирту поміщають у конічну колбу місткістю 50 см³ і швидко в три-чотири прийоми, постійно помішуючи, додають 10 см³ концентрованої сірчаної кислоти. Одержану суміш відразу нагрівають на електроплитці, постійно помішуючи в колбі до тих пір, доки не з'являться пухирці, що виходять на поверхню рідини з утворенням піни. Цей процес повинен тривати (30—40) с з моменту початку нагрівання.

Для цього розмір частини електроплитки, що бере участь у нагріванні, повинен бути близько 3 см², а решта поверхні електроплитки повинна бути накрита азбестом.

Вміст колби охолоджують, переливають в пробірку з пришліфованим корком і порівнюють забарвлення суміші спочатку із забарвленням спирту, а потім із забарвленням сірчаної кислоти, які налиті в аналогічні пробірки в однакових кількостях.

Спирт витримує тест на чистоту, якщо забарвлення суміші співпадає з забарвленням дослідного спирту і сірчаної кислоти.

6.4 Визначання проби на фурфурол

Метод ґрунтується на реакції взаємодії фурфуролу з аніліном в присутності соляної кислоти з утворенням забарвлених розчинів.

6.4.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Штатив для пробірок згідно з чинними нормативними документами

Крапельниця скляна лабораторна згідно з ГОСТ 25336

Піпетки 1-1-2-0,1; 1-1-2-0,2; 1-1-2-5; 1-2-2-10 згідно з ГОСТ 29227

Пробірки місткістю 25 см³ з пришліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Фотоелектроколориметр типу КФК згідно з чинними нормативними документами

Ампули скляні згідно з чинними нормативними документами

Анілін свіжоперегнаний (безбарвний, або світло-жовтого кольору, фракція з температурою кипіння (183—184) °С згідно з ГОСТ 5819

Кислота соляна, густиною 1,188 г/см³, згідно з ГОСТ 3118

Сіль динатрієва етилендіамін — N, N, N', N'-тетраоцтової кислоти 2-воднева (трилон Б), розчин з масовою концентрацією 18,6 г/дм³, згідно з ГОСТ 10652

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709

Фурфурол свіжоперегнаний (фракція з температурою кипіння (160–165) °С згідно з ГОСТ 10930. Зберігають у запаяній скляній ампулі.

Можна застосовувати інші прилади, реактиви, посуд і т. ін. з характеристиками не гіршими за вказані.

6.4.2 Підготовка проби спирту до визначання

Для визначання фурфуролу в спирті готують водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою спирту 40 % згідно з таблицею 2.

Таблиця 2 — Об'єм води, який необхідно додати до 10 см³ вихідного спирту з відповідною об'ємною часткою для отримання водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту 40 % за температури 20 °С

Об'ємна частка спирту в розчині, за температури 20 °С, %	Об'єм води, у кубічних сантиметрах, яку додають в разі об'ємної частки вихідного спирту, %										
	96,0	96,1	96,2	96,3	96,4	96,5	96,6	96,7	96,8	96,9	97,0
40	14,70	14,73	14,76	14,79	14,81	14,84	14,87	14,90	14,93	14,95	14,98

Приготовлений водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою спирту 40 % витримують у водній бані з температурою води 20 °С протягом 30 хв, після чого використовують для проведення визначання.

6.4.3 Проведення визначання

Наявність фурфуролу визначають у ректифікованому спирті, виробленому із крохмалевмісної сировини. У ректифікованому спирті, одержаному із цукровмісної сировини, а також у спирті-сирці наявність фурфуролу не визначають.

Дослідний спирт розбавляють попередньо дистильованою водою до об'ємної частки спирту 40 %, за таблицею 3. Потім у пробірку місткістю 25 см³ з пришліфованим корком вносять 10 см³ дослідного спирту з об'ємною часткою 40 %, за допомогою крапельниці додають одну краплю розчину трилону Б, 0,2 см³ аніліну та 0,1 см³ соляної кислоти (густиною 1,188 г/см³), відміряних відповідними мікропіпетками. Вміст пробірки перемішують і залишають у темному місці на 35 хв.

Оптичну густина розчину вимірюють на фотоелектроколориметрі при синьо-зеленому світлофільтрі ($\lambda_{\max} = 490$ нм) у кюветі товщиною 5 мм. Одночасно з досліджуваним розчином готують контрольну пробу з такою самою кількістю спирту з об'ємною часткою 40 % розчину трилону Б та аніліну (без соляної кислоти). Досліджуваний розчин колориметрують не раніше, ніж через 35 хв та не пізніше ніж через 50 хв після його приготування, застосовуючи в якості розчину порівняння неробочу пробу.

Спирт витримує пробу на фурфурол, якщо за умов проведення визначання, відповідно до 6.4.3, не з'являється рожеве забарвлення, і оптична густина його дорівнює 0.

У разі одержання конкретного значення концентрації фурфуролу у спирті будують градувальний графік за стандартними розчинами фурфуролу відповідно 0,125; 0,250; 0,500 та 1,000 мг/дм³ спирту об'ємною часткою 40 % в перерахунку на безводний спирт.

6.4.4 Оброблення результатів

6.4.4.1 Масову концентрацію фурфуролу у спирті розраховують за формулою:

$$\rho = \frac{\rho_f \cdot 10 \cdot 1000}{40 \cdot V} = \frac{250 \cdot \rho_f}{V}, \quad (1)$$

- де ρ — масова концентрація фурфуролу у спирті в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³;
 ρ_f — масова концентрація фурфуролу в досліджуваному спирті, знайдена за градувальним графіком, мг/дм³;
 V — об'єм досліджуваного спирту з об'ємною часткою 40 %, який був взятий для колориметрування, см³;
 40 — об'ємна частка спирту в дослідженому розчині, %;
 10 — об'єм досліджуваного спирту, см³.

Розрахунки проводять до другого десяткового знака. За остаточний результат аналізу беруть середнє арифметичне двох паралельних визначень та округлюють його до першого десяткового знака.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації фурфуролу в спирті в перерахунку на безводний спирт складає 0,25 мг/дм³.

6.5 Визначання окислюваності спирту

Метод ґрунтується на візуальному порівнянні інтенсивності забарвлення досліджуваного розчину, одержаного після реакції окислення сторонніх органічних мікродомішок спирту розчином перманганату калію, з інтенсивністю забарвлення типового розчину.

6.5.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Термометр рідинний скляний з ціною поділки 0,1 °С, з діапазоном вимірювань від 0 до 50 °С згідно з ГОСТ 28498

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Піпетка 1-1-2-1 згідно з ГОСТ 29227

Циліндри 2-50 або 4-50 згідно з ГОСТ 1770

Водяна баня згідно з чинними нормативними документами

Калію перманганат, згідно з ГОСТ 20490, водний розчин з масовою часткою 0,02 %, приготовлений з розчину з масовою часткою 1 %.

Типовий розчин для визначання окислюваності спирту згідно з чинними нормативними документами.

6.5.2 Проведення визначання

Досліджуваний спирт наливають до позначки в циліндр місткістю 50 см³ з пришліфованим корком, попередньо споліснутий цим самим спиртом. Циліндр зі спиртом занурюють у водяну баню з постійною температурою води 20 °С з таким розрахунком, щоб рівень води перевищував рівень спирту в циліндрі, і витримують не менше ніж 10 хв, щоб спирт досяг температури 20 °С. До спирту додають 1 см³ розчину перманганату калію з масовою часткою 0,02 %, закривають циліндр корком і перемішують, вмикають секундомір.

Циліндр знову занурюють у водяну баню з температурою води 20 °С і витримують до тих пір, поки червоно-фіолетове забарвлення суміші, поступово змінюючись, не досягне забарвлення типового розчину. Після цього циліндр виймають з водяної бані та візуально порівнюють забарвлення досліджуваного спирту із забарвленням типового розчину, налитого в циліндр однакового розміру та якості скла. Час збіжності забарвлення приймають за закінчення реакції окислення. Тривалість реакції виражають у хвилинах.

6.5.3 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Значення нормативів контролю похибки визначання окислюваності спирту наведено в таблиці 3

Таблиця 3 — Значення нормативів контролю похибки визначання окислюваності спирту

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), $n = 2, P = 0,95$	Відтворність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
1,0 хв	2,0 хв	± 0,5 хв

Нижня границя вимірювання (LOD) — 0,5 хв.

6.6 Визначання масової концентрації альдегідів

Масову концентрацію альдегідів у спирті визначають фотоелектроколориметричним методом із застосуванням типових розчинів.

6.6.1 Визначання масової концентрації альдегідів з фуксिनосірчистим реактивом 1 у спирті етиловому ректифікованому

Метод ґрунтується на реакції взаємодії наявних у спирті альдегідів з фуксिनосірчистим реактивом 1.

6.6.1.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ареометр скляний для спирту згідно з ГОСТ 18481

Колориметр фотоелектричний лабораторний (фотоелектроколориметр) типу КФК згідно з чинними нормативними документами

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Термометр рідинний скляний з ціною поділки 0,1 °С з діапазоном вимірювань від 0 до 50 °С згідно з ГОСТ 28498

Пробірки місткістю 50 см³ з пришліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Штатив для пробірок згідно з чинними нормативними документами

Піпетки 1-1-2-2, 1-2-2-10 згідно з ГОСТ 29227

Циліндр 1-50/335 згідно з ГОСТ 18481 або 1-500 згідно з ГОСТ 1770

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709

Розчини водно-етанольні типові для визначання альдегідів в спирті (з вмістом оцтового альдегіду 1,2,4,10 мг/дм³ безводного спирту) згідно з чинними нормативними документами

Фуксिनосірчистий реактив 1 згідно з чинними нормативними документами

Фуксिनосірчистий реактив 1 зберігають за температури (10 ± 5) °С (в холодильнику). Перед виконанням випробовувань реактив виставляють з холодильника і перевіряють його готовність до роботи. Для цього в пробірку вносять 10 см³ типового розчину з масовою концентрацією оцтового альдегіду 2 мг/дм³ безводного спирту, додають 2 см³ фуксिनосірчистого реактиву 1, витримують 20 хв і після цього визначають на фотоколориметрі оптичну густину в кюветі товщиною 20 мм з світлофільтром довжиною світлової хвилі 540 нм. Оптична густина повинна бути в межах від 0,08 до 0,12. Якщо оптична густина нижча ніж 0,08, то фуксिनосірчистий реактив 1 продувають повітрям протягом 1—2 хв. Якщо оптична густина вище ніж 0,12, то реактив для кількісного визначання не застосовують. Періодичність перевірки фуксिनосірчистого реактиву 1 — двічі на місяць.

Можна застосовувати інші прилади, реактиви, посуд і т. ін. з характеристиками не гіршими за вказані.

6.6.1.2 Підготовка проби спирту до визначання

Для визначання альдегідів у спирті готують водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою спирту 50 % за таблицею 4.

Таблиця 4 — Об'єм води, який необхідно додати до 10 см³ вихідного спирту з відповідною об'ємною часткою для отримання водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту 50 % за температури 20 °С

Об'ємна частка спирту в розчині, за температури 20 °С, %	Об'єм води, у кубічних сантиметрах, яку додають в разі об'ємної частки вихідного спирту, %										
	88,0	96,0	96,2	96,3	96,4	96,5	96,6	96,7	96,8	96,9	97,0
50	8,87	9,80	9,85	9,87	9,89	9,92	9,94	9,96	9,98	10,01	10,03

Приготовлений водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою спирту 50 % витримують у водній бані з температурою води 20 °С протягом 30 хв, після чого використовують для проведення випробовування.

6.6.2 Проведення визначання

Перед проведенням випробовування типові розчини витримують за кімнатної температури не менше ніж 30 хв.

Отримання градувальних характеристик типових розчинів і випробовування зразків спирту проводять одночасно і в однакових умовах.

Для побудови градуовального графіка в чотири пробірки поміщають по 10 см³ типових розчинів з масовою концентрацією оцтового альдегіду в безводному спирті відповідно 1,2,4,10 мг/дм³. В п'яту (п-у) пробірку вносять 10 см³ досліджуваного спирту об'ємною часткою 50 %. Одночасно випробовують не більше 10 проб (зокрема типові розчини). Пробірки поміщають у водяну баню з температурою (20 ± 0,5) °С і витримують протягом 10 хв. Після цього в усі пробірки додають по 2 см³ фуксिनосірчистого реактиву 1. Пробірки закривають прищліфованими корками, перемішують вміст і витримують за температури (20 ± 0,5) °С протягом 20 хв. Інтенсивність забарвлення (оптичну густину) визначають із застосуванням фотоелектроколориметра в кюветі товщиною 20 мм з світлофільтром довжиною світлової хвилі 540 нм у порівнянні з дистильованою водою.

6.6.2.1 Оброблення результатів

Оптичну густину кожного розчину визначають не менше як з трьох паралельних вимірювань і з отриманих значень знаходять середнє арифметичне.

За отриманими після колориметрування результатами будують градуовальний графік, відкладаючи на осі абсцис значення масової концентрації альдегідів в безводному спирті, у міліграмах на кубічний дециметр, а на осі ординат — відповідні їм значення оптичної густини типових розчинів.

Залежність між оптичною густиною і масовою концентрацією альдегідів у типових розчинах на градуовальному графіку повинна бути лінійною.

За величиною оптичної густини досліджуваного водно-спиртового розчину визначають масову концентрацію альдегідів у спирті в перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті, у міліграмах на кубічний дециметр, за допомогою градуовального графіка.

За остаточний результат беруть середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень, різниця між якими не повинна перевищувати 0,3 мг альдегідів у перерахунку на оцтовий альдегід в 1 дм³ безводного спирту за довірчої ймовірності P = 0,95.

6.6.3 Визначання масової концентрації альдегідів з фуксिनосірчистим реактивом 1 у спирті етиловому — сирці

Альдегіди в етиловому спирті-сирці визначають відповідно до 6.6.2.

Попередньо етиловий спирт-сирець розбавляють в 100 разів розчином спирту етилового ректифікованого «Вищої очистки» з об'ємною часткою 50 %. Для цього в мірну колбу місткістю 100 см³ вносять 1 см³ досліджуваного спирту-сирцю, об'єм колби доводять до позначки розчином спирту етилового ректифікованого «Вищої очистки» з об'ємною часткою 50 % та старанно перемішують.

6.6.4 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації альдегідів в перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті — 0,5 мг/дм³.

Лінійність (L) вимірювань альдегідів в перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті в діапазоні — 0,5—10,0 мг/дм³.

Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації альдегідів наведено в таблиці 5.

Таблиця 5 — Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації альдегідів

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), n = 2, P = 0,95	Відтворність, (R), m = 2, P = 0,95	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), P = 0,95
0,3 мг/дм ³	0,5 мг/дм ³	± 0,15 мг/дм ³

6.7 Визначання масової концентрації сивушного масла

Сивушне масло — це переважно суміш вищих спиртів: пропілового, ізопропілового, бутилового, ізобутилового, ізоамілового та інших. Визначання сивушного масла здійснюють одним з наведених методів.

Метод визначання масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом дає можливість визначити загальну кількість вищих спиртів (за винятком пропілового та ізопропілового, які не дають кольорової реакції з саліциловим альдегідом) в перерахунку на суміш ізобутилового та ізоамілового спиртів, які в типових розчинах перебувають у співвідношенні 1:1.

Метод визначання масової концентрації сивушного масла з парадиметиламінобензальдегідом (П-ДМАБА) дає можливість визначити загальну кількість вищих спиртів у перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів, які в типових розчинах перебувають у співвідношенні 3:1:1.

6.7.1 Визначання масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом

Метод ґрунтується на реакції наявних у досліджуваному етиловому ректифікованому спирті вищих спиртів з розчином саліцилового альдегіду в присутності сірчаної кислоти.

6.7.1.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Колориметр фотоелектричний лабораторний типу КФК згідно з чинними нормативними документами

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Штатив для пробірок згідно з чинними нормативними документами

Піпетки 1-1-2-0,5; 1-2-2-5; 1-2-2-19 згідно з ГОСТ 29227

Пробірки місткістю 50 см³ з пришліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Спиртовий розчин саліцилового альдегіду з об'ємною часткою 1 % згідно з чинними нормативними документами

Кислота сірчана, хімічно чиста, що витримує пробу Саваля, концентрована, згідно з ГОСТ 4204, або особливо чиста згідно з ГОСТ 14262.

Розчини водно-етанольні типові для визначання сивушного масла в спирті з саліциловим альдегідом згідно з чинними нормативними документами.

Можна застосовувати інші прилади, реактиви, посуд і т. ін. з характеристиками не гіршими за вказані.

6.7.1.2 Кількісне визначання масової концентрації сивушного масла в спирті

Метод ґрунтується на колориметричному вимірюванні оптичної густини досліджуваного забарвленого розчину, отриманого після реакції наявних у спирті вищих спиртів з саліциловим альдегідом у присутності концентрованої сірчаної кислоти.

6.7.1.3 Проведення визначання

По 10 см³ концентрованої сірчаної кислоти вносять у пробірки з пришліфованими корками, обережно по стінці пробірки додають: у першу пробірку 5 см³ досліджуваного спирту, в інші — відповідно по 5 см³ типових розчинів з масовою концентрацією сивушного масла в безводному спирті 1,2,3,4,(15) мг/дм³ таким чином, щоб не відбувалось змішування рідин, а утворювалось два шари. Потім у кожну пробірку додають по 0,5 см³ спиртового розчину саліцилового альдегіду, пробірки закривають корками. Пробірки почергово перемішують і ставлять через точні проміжки часу в киплячу водяну баню, де витримують точно 10 хв. Після цього пробірки в тій самій послідовності, витримуючи встановлений інтервал часу, виймають з бані та занурюють у проточну холодну воду (краще в водяну баню з льодом) для швидкого охолодження (протягом 1 хв), до кімнатної температури (20 ± 5) °С. Інтенсивність утвореного в результаті реакції жовтого забарвлення (оптичну густину) вимірюють відразу на фотоелектроколориметрі з світлофільтром довжиною хвилі 540 нм в кюветі товщиною 20 мм порівняно з дистильованою водою.

6.7.1.4 Обробляння результатів

Для розрахунку масової концентрації сивушного масла слід ввести поправку на наявні в спирті альдегіди, які також реагують з саліциловим альдегідом. Для цього від одержаних після колориметрування значень оптичної густини слід відняти значення розрахункової оптичної густини, що відповідає масовій концентрації альдегідів, які визначають відповідно до 6.6.2. Ці значення оптичних густин наведено в таблиці 6.

Таблиця 6 — Поправкові значення оптичної густини залежно від масової концентрації альдегідів

Масова концентрація альдегідів у ректифікованому спирті в перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті, мг/дм ³	Значення розрахункової оптичної густини за фотоелектроколориметром	
	КФК-2	КФК-3
1,0	0,01	0,01
1,5	0,017	0,016
2,0	0,023	0,022
2,5	0,029	0,028
3,0	0,036	0,034
3,5	0,043	0,040
4,0	0,049	0,046
4,5	0,055	0,051
5,0	0,061	0,057
6,0	0,073	0,068
7,0	0,085	0,080
8,0	0,097	0,090
9,0	0,109	0,101
10,0	0,120	0,110

Оптичну густину кожного розчину визначають не менше трьох разів і з отриманих значень знаходять середнє арифметичне.

За отриманими результатами будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис значення масової концентрації сивушного масла в безводному спирті у міліграмах на кубічний дециметр, на осі ординат — відповідні їм значення оптичної густини типових розчинів.

Залежність між оптичною густиною і масовою концентрацією сивушного масла в типових розчинах на градувальному графіку повинна бути лінійною.

Масову концентрацію сивушного масла в досліджуваному спирті визначають за оптичною густиною досліджуваного розчину (мінус поправка на вміст альдегідів) за допомогою градувального графіка.

За остаточний результат беруть середнє арифметичне двох паралельних визначень, різниця між якими не повинна перевищувати 0,3 мг сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) в 1 дм³ безводного спирту за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

6.7.1.5 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) в безводному спирті — 0,5 мг/дм³.

Лінійність (L) вимірювань сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) в безводному спирті в діапазоні 0,5—15 мг/дм³.

Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом наведено в таблиці 7.

Таблиця 7 — Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), $n = 2, P = 0,95$	Відтворність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
0,3 мг/дм ³	0,6 мг/дм ³	± 0,1 мг/дм ³

6.7.2 Визначання масової концентрації сивушного масла (ізоамілового, ізобутилового і пропілового спиртів) з парадиметиламінобензальдегідом (П-ДМАБА)

Метод ґрунтується на колориметричному визначанні оптичної густини досліджуваного розчину після реакції наявних в етиловому ректифікованому спирті вищих спиртів з розчином парадиметиламінобензальдегіду в концентрованій сірчаній кислоті.

6.7.2.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ареометри для спирту згідно з ГОСТ 18481

Термометри ртутні скляні лабораторні з ціною поділки 0,1 та 0,5 °С з діапазоном вимірювань від мінус 30 до 30 °С та від 0 до 100 °С згідно з ГОСТ 13646

Ваги лабораторні 2 класу з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104

Колориметр фотоелектричний лабораторний типу КФК згідно з чинними нормативними документами

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Водяна баня згідно з чинними нормативними документами

Колби К-2-50-2, 2-100-2 і 2-250-2 згідно з ГОСТ 1770

Колба К_n-100 згідно з ГОСТ 25336

Циліндр 1-100 згідно з ГОСТ 1770

Бюретки 1-2-50-0,1 згідно з ГОСТ 29252

Піпетки 1-1-2-0,5, 1-2-2-5 і 1-2-2-10 згідно з ГОСТ 29227

Пробірки місткістю 50 см³ з пришліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Бюкси згідно з ГОСТ 23932

Склянки з пришліфованими корками місткістю 100 см³

Скляні палички згідно з чинними нормативними документами

Шпатель згідно з ГОСТ 9147

Штатив металевий згідно з чинними нормативними документами

Штативи для пробірок згідно з чинними нормативними документами

Кислота сірчана, х. ч., що витримує пробу Саваля, концентрована, згідно з ГОСТ 4204, або ос. ч. згідно з ГОСТ 14262

Парадиметиламінобензальдегід (П-ДМАБА), розчин з масовою концентрацією П-ДМАБА в сірчаній кислоті 0,075 %

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709

Розчини водно-етанольні типові для визначання масової концентрації сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового і ізоамілового спиртів у співвідношенні 3:1:1 згідно з чинними нормативними документами.

Можна застосовувати інші прилади, реактиви і т. ін. з характеристиками не гіршими за вказані.

6.7.2.2 Готування дослідних водно-спиртових розчинів

Масову концентрацію сивушного масла в ректифікованому спирті визначають у водно-спиртовому розчині з об'ємною часткою спирту 40 %.

Безпосередньо перед визначанням ректифікований спирт розводять дистильованою водою до об'ємної частки спирту 40 % за температури 20 °С за таблицею 8.

Таблиця 8 — Об'єм води, який необхідно додати до 10 см³ вихідного спирту з відповідною об'ємною часткою для отримання водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту 40 % за температури 20 °С

Об'ємна частка спирту в розчині, за температури 20 °С, %	Об'єм води, у кубічних сантиметрах, яку додають в разі об'ємної частки вихідного спирту, %											
	88,0	96,0	96,1	96,2	96,3	96,4	96,5	96,6	96,7	96,8	96,9	97,0
40	12,50	14,70	14,73	14,76	14,79	14,81	14,84	14,87	14,90	14,93	14,95	14,98

6.7.2.3 Готування розчину парадиметиламінобензальдегіду (П-ДМАБА) в сірчаній кислоті 0,075 г П-ДМАБА, зваженого з точністю до 0,0002 г, розчиняють в 40—50 см³ сірчаної кислоти в мірній колбі місткістю 100 см³, доводять об'єм до позначки тією самою кислотою і перемішують.

Приготовлений розчин зберігають у холодильнику за температури від 2 °С до 10 °С не більше 30 діб.

6.7.2.4 Кількісне визначання масової концентрації сивушного масла в спирті етиловому ректифікованому

У п'ять пробірок з пришліфованими корками (або в мірні колби місткістю 50 см³) поміщують по 10 см³ розчину П-ДМАБА, обережно по стінці пробірки, щоб не відбувалось змішування обох рідин, а утворилось два шари, наливають по 5 см³: в першу пробірку (колбу) — досліджуваний водно-спиртовий розчин з концентрацією 40 %, в другу — типовий розчин з масовою концентрацією сивушного масла в безводному спирті 3,0 мг/дм³ (у разі масової концентрації оцтового альдегіду 1 мг/дм³), в третю — типовий розчин з масовою концентрацією сивушного масла в безводному спирті 4,0 мг/дм³ (у разі масової концентрації оцтового альдегіду 2 мг/дм³), у четверту — типовий розчин з масовою концентрацією сивушного масла в безводному спирті 7,0 мг/дм³ (у разі масової концентрації оцтового альдегіду 2 мг/дм³), в п'яту — типовий розчин з масовою концентрацією сивушного масла в безводному спирті 10,0 мг/дм³ у разі масової концентрації оцтового альдегіду 4,0 мг/дм³).

Вміст пробірок (або колб) енергійно перемішують протягом 10 с і почергово через точні проміжки часу пробірки (колби) вносять в киплячу водяну баню та витримують протягом 30 хв, фіксуючи час секундоміром. Після цього пробірки (колби) виймають з бані в тій самій послідовності та охолоджують у проточній холодній воді (або в водяній бані з льодом) до температури реакційної суміші (20 ± 5) °С. Інтенсивність забарвлення розчинів — оптичну густину, визначають із застосуванням фотоелектроколориметра в кюветі товщиною 20 мм за довжини світлової хвилі 490 нм у порівнянні з дистильованою водою.

6.7.2.5 Оброблення результатів

Оптичну густину кожного розчину визначають не менше трьох разів і з одержаних значень знаходять середнє арифметичне.

За одержаними після колориметрування результатами будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис значення масової концентрації сивушного масла в типових розчинах з відповідною масовою концентрацією суміші пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів, а на осі ординат — відповідні значення оптичної густини типових розчинів.

Залежність між оптичною густиною і масовою концентрацією сивушного масла в типових розчинах на градувальному графіку повинна бути лінійною.

За величиною оптичної густини досліджуваного спирту етилового визначають масову концентрацію сивушного масла в спирті у перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів у співвідношенні (3:1:1), в безводному спирті, у міліграмах на кубічний дециметр.

За остаточний результат беруть середнє арифметичне значення результатів двох паралельних досліджень, різниця між якими не повинна перевищувати 0,7 мг сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів у співвідношенні (3:1:1) в 1 дм³ безводного спирту за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

6.7.2.6 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів (3:1:1) в безводному спирті — 1,0 мг/дм³.

Лінійність (L) вимірювань сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів у співвідношенні (3:1:1) в безводному спирті в діапазоні від 1,0 до 15 мг/дм³.

Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації сивушного масла з парадиметиламінобензальдегідом наведено в таблиці 9.

Таблиця 9 — Значення нормативів контролю похибки визначення масової концентрації сивушного масла з парадиметиламінобензальдегідом

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (<i>r</i>), <i>n</i> = 2, <i>P</i> = 0,95	Відтворність, (<i>R</i>), <i>m</i> = 2, <i>P</i> = 0,95	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (<i>K</i>), <i>P</i> = 0,95
0,7 мг/дм ³	1,3 мг/дм ³	± 0,5 мг/дм ³

6.7.2.7 Випробовування етилового спирту-сирцю на вміст сивушного масла

Вищі спирти сивушного масла в етиловому спирті — сирці визначають відповідно до 6.7.2.4. Попередньо етиловий спирт-сирець розводять дистильованою водою до об'ємної частки спирту 40 % відповідно до 6.7.2.2 і в 500 разів розчином ректифікованого спирту «Вищої очистки» з об'ємною часткою спирту 40 %. Одержаний водно-спиртовий розчин старанно перемішують.

6.8 Визначання масової концентрації кислот

Метод базується на визначанні кислот, наявних у досліджуваному спирті, за об'ємом розчину гідроксиду натрію, витраченого на титрування.

6.8.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ваги лабораторні 2 класу з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Електроплитка побутова або колбонагрівач згідно з ГОСТ 14919

Бюретка 1-1-2-2-0,01 згідно з ГОСТ 29251

Крапельниця скляна лабораторна згідно з ГОСТ 25336

Колби К-2-4-500-34 ТХС або П-2-500-34 ТХС згідно з ГОСТ 25336

Склянки для зважування згідно з ГОСТ 25336

Трубка з натронним вапном згідно з чинними нормативними документами

Холодильник ХШ-1-200-19/26 ХС, зворотний згідно з ГОСТ 25336

Циліндр 2-100 згідно з ГОСТ 1770

Бромтимоловий синій (індикатор), згідно з чинними нормативними документами, 0,1 г індикатора розчиняють в 100 см³ етилового спирту з об'ємною часткою 20 %

Натрію гідроксид, згідно з ГОСТ 4328, розчин с (NaOH) = 0,05 моль/дм³

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

6.8.2 Проведення визначання

100 см³ досліджуваного спирту поміщають у круглодонну або плоскодонну колбу місткістю 500 см³ з пришліфованим кульковим зворотним холодильником, додають 100 см³ дистильованої води і кип'ятять протягом 10—15 хв. Потім вміст колби охолоджують до кімнатної температури, закриваючи верхню частину холодильника трубкою з натронним вапном, яке періодично поновлюють. До вмісту колби додають 10 крапель розчину бромтимолового синього і титрують розчином гідроксиду натрію с (NaOH) = 0,05 моль/дм³ до появи голубого забарвлення, яке не зникає під час перемішування протягом 1—2 хв.

6.8.2.1 Обробка результатів

Масову концентрацію кислот у спирті визначають за формулою:

$$\rho = V \cdot 3 \cdot 10 \cdot 100/\varphi, \quad (2)$$

- де ρ — масова концентрація кислот в перерахунку на оцтову в безводному спирті, мг/дм³;
 V — об'єм розчину гідроксиду натрію, витрачений на титрування 100 см³ досліджуваного спирту, см³;
 3 — маса оцтової кислоти, що відповідає 1 см³ гідроксиду натрію, мг;
 10 — коефіцієнт перерахунку на 1 дм³ спирту;
 $100/\varphi$ — коефіцієнт перерахунку на безводний спирт, де φ — об'ємна частка досліджуваного етилового спирту, %.

За остаточний результат визначання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень масової концентрації кислот, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 2,0 мг/дм³ за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

6.8.2.2 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації кислот в перерахунку на оцтову кислоту в безводному спирті — 1,0 мг/дм³.

Лінійність (L) вимірювань кислот в перерахунку на оцтову кислоту в безводному спирті в діапазоні — 1,0—20 мг/дм³.

Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації кислот наведено в таблиці 10.

Таблиця 10 — Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації кислот

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), $n = 2, P = 0,95$	Відтворність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
2,0 мг/дм ³	3,0 мг/дм ³	± 1,0 мг/дм ³

6.9 Визначання масової концентрації органічних речовин, що омилюються

6.9.1 Визначання масової концентрації органічних речовин методом омилування

Метод ґрунтується на титрометричному визначанні органічних речовин після їх омилування розчином гідроксиду натрію.

6.9.2 Апаратура, матеріали і реактиви

Ваги лабораторні 2 класу з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Електроплитка побутова або колбонагрівач згідно з ГОСТ 14919

Бюретка 1-1-2-2-0,01 згідно з ГОСТ 29251

Піпетка 1-2-2-10 згідно з ГОСТ 29227

Склянки для зважування згідно з ГОСТ 25336

Трубка з натронним вапном згідно з чинними нормативними документами

Крапельниця скляна лабораторна згідно з ГОСТ 25336

Колби К-2-500-34 ТХС або П-2-500-34 ТХС згідно з ГОСТ 25336

Холодильник ХШ-1-200-19/26 ХС, зворотний згідно з ГОСТ 25336

Кислота сірчана х. ч., що витримує пробу Саваля згідно з ГОСТ 4204, розчин $c(1/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³ або ос. ч. згідно з ГОСТ 14262

Натрію гідроксид, згідно з ГОСТ 4328, розчин $c(NaOH) = 0,05$ моль/дм³

Натрію гідроксид, згідно з ГОСТ 4328, розчин $c(NaOH) = 0,1$ моль/дм³

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

6.9.3 Проведення визначання

Після визначання масової концентрації кислот до нейтралізованого спирту додають 10 см³ гідроксиду натрію $c(NaOH) = 0,1$ моль/дм³ і суміш кип'ячать у колбі, з'єднаній зі зворотним холодильником, протягом 1 год. Вміст колби охолоджують до кімнатної температури, закриваючи верхню частину холодильника трубкою з натронним вапном, яке періодично поновлюють. По закінченні охолодження знімають трубку і холодильник промивають дистильованою водою, а до суміші додають 10 см³ розчину сірчаної кислоти $c(1/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³, перемішують і надлишок кислоти відтитрують розчином гідроксиду натрію $c(NaOH) = 0,05$ моль/дм³.

6.9.3.1 Обробляння результатів

Масову концентрацію органічних речовин, що омилюються, в спирті визначають за формулою:

$$\rho_1 = V_1 \cdot 8,8 \cdot 10 \cdot 100/\varphi, \tag{3}$$

де ρ_1 — масова концентрація органічних речовин в перерахунку на оцтово-етиловий естер в безводному спирті, мг/дм³;

- V_1 — об'єм розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, витрачений на омилення 100 см³ досліджуваного спирту, см³;
- 8,8 — маса оцтовоетилового естеру, що відповідає 1 см³ розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, мг;
- 10 — коефіцієнт перерахування на 1 дм³ спирту;
- 100/φ — коефіцієнт перерахування на безводний спирт, де φ — об'ємна частка досліджуваного етилового спирту, %.

Об'єм розчину гідроксиду натрію, V_1 , витрачений на омилення органічних речовин в 100 см³ досліджуваного спирту, у кубічних сантиметрах, визначають за формулою:

$$V_1 = (10 + V_2/2) \cdot K - 10, \quad (4)$$

- де 10 — об'єм розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ та сірчаної кислоти $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³, см³;
- V_2 — об'єм гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, витрачений на титрування надлишку кислоти, см³;
- K — поправковий коефіцієнт до розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

У разі встановлення поправкового коефіцієнта, в розчин, отриманий після визначання органічних речовин, які омилюються, вносять по 10 см³ розчинів гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ і сірчаної кислоти $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³, надлишок кислоти відтитровують розчином гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³.

Поправковий коефіцієнт до розчину $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (K) визначають за формулою (5) з точністю до 0,0001:

$$K = 10 : (10 + V_3/2), \quad (5)$$

- де V_3 — об'єм розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³, витрачений на титрування надлишку кислоти, см³;
- 10 — об'єм розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ і сірчаної кислоти $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³, см³.

За остаточний результат визначання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, різниця між якими не повинна перевищувати 3,0 мг органічних речовин, що омилюються, в перерахунку на оцтовоетиловий естер в 1 дм³ безводного спирту за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

Розчин гідроксиду натрію слід готувати з поправковим коефіцієнтом 0,9700—1,000.

6.9.4 Визначання масової концентрації естерів у спирті етиловому-сирці проводять методом омилювання відповідно до 6.9.3

6.9.5 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації органічних речовин, що омилюються, в перерахунку на оцтовоетиловий естер в безводному спирті — 2,0 мг/дм³.

Лінійність (L) органічних речовин, що омилюються, в перерахунку на оцтовоетиловий естер в безводному спирті в діапазоні — 2,0—50 мг/дм³.

Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації органічних речовин, що омилюються, наведено в таблиці 11.

Таблиця 11 — Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації органічних речовин, що омилюються

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), $n = 2, P = 0,95$	Відтворність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
3,0 мг/дм ³	5,0 мг/дм ³	± 1,5 мг/дм ³

5.10 Визначання масової концентрації естерів

Метод ґрунтується на фотоколориметричному визначанні інтенсивності забарвлення після реакції в лужному середовищі хлориду заліза (III) шестиводного з гідроксамовою кислотою, яка утворюється в результаті взаємодії естерів досліджуваного спирту і солянокислого гідроксиламіну.

6.10.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ваги лабораторні 2 класу з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104

Колориметр фотоелектричний лабораторний типу КФК згідно з чинними нормативними документами

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Термометри рідинні скляні з ціною поділки 0,1 °С з діапазоном вимірювань від 0 до 50 °С згідно з ГОСТ 28498

Лійки згідно з ГОСТ 25336

Колби 1-200-2 і 1-1000-2 згідно з ГОСТ 1770

Колби К_н-2-25-18 ТХС і К_н-2-50-18 ТХС згідно з ГОСТ 25336

Піпетки 1-2-2-5, 1-2-2-10 і 1-2-2-25 згідно з ГОСТ 29227

Склянки для зважування згідно з ГОСТ 25336

Циліндри 1-25, 1-250 і 1-500 згідно з ГОСТ 1770

Гідроксиламін солянокислий, згідно з ГОСТ 5456, розчин з молярною концентрацією 2 моль/дм³

Заліза (III) хлорид 6-водний, згідно з ГОСТ 4147, розчин $c(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 0,37$ моль/дм³

Кислота соляна, згідно з ГОСТ 3118, розчин $c(\text{HCl}) = 4$ моль/дм³

Натрію гідроксид, згідно з ГОСТ 4328, розчин $c(\text{NaOH}) = 3,5$ моль/дм³

Папір фільтрувальний лабораторний згідно з ГОСТ 12026

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709

Можна застосовувати інші прилади, реактиви, посуд і т. ін. з характеристиками не гіршими за вказані.

6.10.1.2 Готування розчину солянокислого гідроксиламіну концентрацією 2 моль/дм³

Наважку солянокислого гідроксиламіну масою (69,60 ± 0,01) г розчиняють в мірній колбі місткістю 500 см³ в 200 см³ дистильованої води і доводять об'єм до позначки. Одержаний розчин перемішують і зберігають в холодильнику за температури від 2 до 10 °С протягом 30 діб.

6.10.1.3 Готування розчину соляної кислоти $c(\text{HCl}) = 4$ моль/дм³

500 см³ дистильованої води наливають у мірну колбу місткістю 1 дм³, поступово, безперервно перемішуючи, доливають 333 см³ концентрованої соляної кислоти, ретельно перемішують і охолоджують до температури 20 °С. Об'єм розчину доводять до позначки дистильованою водою і знову перемішують. Розчин придатний для використання протягом 30 діб. Зберігають за температури від 10 до 20 °С.

6.10.1.4 Готування розчину хлориду заліза (III) 6-водного $c(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 0,37$ моль/дм³

Наважку хлориду заліза (III) 6-водного масою (50,00 ± 0,01) г розчиняють у 400 см³ дистильованої води в мірній колбі місткістю 500 см³, додають 12,5 см³ розчину соляної кислоти $c(\text{HCl}) = 4$ моль/дм³ і перемішують. Під час зберігання розчину може утворюватись осад, який необхідно відфільтрувати перед використанням. Розчин зберігають за температури від 5 до 20 °С протягом 30 діб.

6.10.1.5 Готування розчину гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 3,5$ моль/дм³

Наважку гідроксиду натрію масою (70,00 ± 0,01) г розчиняють в 400 см³ дистильованої води в мірній колбі місткістю 500 см³, охолоджують до температури 20 °С, доводять об'єм отриманого розчину до позначки дистильованою водою і знову перемішують. Розчин зберігають за температури від 5 до 10 °С протягом 30 діб.

6.10.1.6 Готування розчинів реакційної суміші

Перед проведенням випробування готують розчин реакційної суміші за допомогою змішування рівних об'ємів розчинів солянокислого гідроксиламіну 2 моль/дм³ і гідроксиду натрію $c(\text{NaOH}) = 3,5$ моль/дм³, враховуючи те, що на проведення аналізу одного зразка досліджуваного ректифікованого спирту витрачається 12 см³ суміші, а спирту-сирцю — 24 см³ суміші. Отриману суміш перемішують і використовують для аналізу не пізніше, ніж через 6 год з моменту приготування.

6.10.2 Проведення визначання

Для проведення випробовування необхідно приготувати дослідні розчини А і Б.

У дві конічні колби місткістю 50 см³ вносять по 6 см³ реакційної суміші. Потім в одну з колб (колба Б) додають 3 см³ розчину соляної кислоти і перемішують протягом 1 хв. Вміст цієї колби позначають розчином Б, вміст іншої — розчином А.

В обидві колби вносять по 18 см³ досліджуваного спирту і одночасно обережно перемішують протягом 2 хв.

У колбу з розчином А доливають 3 см³ розчину соляної кислоти і також перемішують протягом 1 хв. В обидві колби додають по 3 см³ розчину хлориду заліза (III) 6-водного і одночасно перемішують їх вміст вищеописаним способом протягом 1 хв.

Інтенсивність забарвлення (оптичну густину) розчину А вимірюють в порівнянні з розчином Б на фотоелектроколориметрі з довжиною світлової хвилі 540 нм в кюветі товщиною 50 мм.

6.10.2.1 Оброблення результатів

Масову концентрацію естерів в ректифікованому спирті розраховують за формулою:

$$\rho_{\text{ес}} = \frac{\lambda \cdot 100}{0,0303 \cdot \varphi}, \quad (6)$$

де $\rho_{\text{ес}}$ — масова концентрація естерів в ректифікованому спирті в перерахунку на оцтовоетиловий в безводному спирті, мг/дм³;

λ — оптична густина;

0,0303 — постійний коефіцієнт, одержаний експериментально;

φ — об'ємна частка досліджуваного ректифікованого спирту, %;

100/ φ — коефіцієнт перерахунку на безводний спирт.

За остаточний результат вимірювання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, різниця між якими не повинна перевищувати 0,2 мг естерів в перерахунку на оцтовоетиловий естер в 1 дм³ безводного спирту за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

6.10.2.2 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) масової концентрації естерів в перерахунку на оцтовоетиловий естер в безводному спирті — 1,0 мг/дм³.

Лінійність (L) вимірювань естерів в перерахунку на оцтовоетиловий естер в безводному спирті в діапазоні від 1,0 до 10 мг/дм³.

Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації естерів наведено в таблиці 12.

Таблиця 12 — Значення нормативів контролю похибки визначання масової концентрації естерів

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (t), $n = 2, P = 0,95$	Відтворність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
0,2 мг/дм ³	0,3 мг/дм ³	± 0,1 мг/дм ³

6.10.3 Випробовування спирту етилового — сирцю

Для проведення випробовування необхідно приготувати дослідні розчини А і Б.

У дві конічні колби місткістю 50 см³ вносять по 12 см³ реакційної суміші. Потім в одну з колб (колба Б) додають 6 см³ розчину соляної кислоти і перемішують. Вміст цієї колби позначають як розчин Б, вміст іншої колби — розчин А.

В обидві колби доливають по 6 см³ досліджуваного спирту, одночасно обережно перемішують та витримують за кімнатної температури протягом 2 хв.

Потім у колбу з розчином А додають 6 см³ розчину соляної кислоти і також перемішують.

В обидві колби додають по 6 см³ розчину хлориду заліза і одночасно перемішують їх вміст описаним вище способом протягом 1 хв.

Інтенсивність забарвлення (оптичну густину) розчину А вимірюють у порівнянні з розчином Б на 3-й — 4-й хв на фотоелектроколориметрі за довжини світлової хвилі 540 нм у кюветі товщиною 5 мм.

6.10.3.1 Оброблення результатів

Масову концентрацію естерів в етиловому спирті — сирці розраховують за формулою:

$$\rho_{ec} = \frac{\lambda \cdot 100}{0,00099 \cdot \varphi} \quad (7)$$

- де ρ_{ec} — масова концентрація у етиловому спирті — сирці в перерахунку на оцтовоетиловий естер в безводному спирті, мг/дм³;
 λ — оптична густина;
 0,00099 — постійний коефіцієнт, отриманий експериментально;
 φ — об'ємна частка досліджуваного спирту-сирцю, %;
 100/ φ — коефіцієнт перерахунку на безводний спирт.

За остаточний результат вимірювання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, різниця між якими не повинна перевищувати 0,2 мг естерів у перерахунку на оцтовоетиловий естер в 1 дм³ безводного спирту за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

Контроль якості вимірювань — за таблицю 12.

6.11 Визначання об'ємної частки метилового спирту

Метод ґрунтується на фотоелектроколориметричному визначанні інтенсивності забарвлення, одержаного після взаємодії динатрієвої солі хромотропової кислоти з формальдегідом, який утворюється в результаті окислення перманганатом калію метилового спирту, що міститься в досліджуваному спирті.

6.11.1 Апаратура, матеріали, реактиви

- Ваги лабораторні 2 класу з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104
 Колориметр фотоелектричний лабораторний (фотоелектроколориметр) типу КФК згідно з чинними нормативними документами
 Секундомір згідно з чинними нормативними документами
 Баня водяна згідно з чинними нормативними документами
 Штатив для пробірок згідно з чинними нормативними документами
 Термометр рідинний скляний з ціною поділки 0,1 °С з діапазоном вимірювань від 0 до 100 °С згідно з ГОСТ 28498
 Колби 2-50-2, 2-100-2 та 2-500-2 згідно з ГОСТ 1770
 Піпетки 1-1-2-0,5, 1-1-2-2 та 1-2-2-5 згідно з ГОСТ 29227
 Пробірки місткістю 25 або 45—50 см³ з пришліфованими корками згідно з чинними нормативними документами
 Калію перманганат, згідно з ГОСТ 20490, водний розчин з масовою часткою 1,5 %
 Кислота сірчана х. ч., згідно з ГОСТ 14262, яка витримує пробу Савая, або ос. ч. згідно з ГОСТ 4204
 Натрій сірчистоокислий, згідно з ГОСТ 195, водний розчин з масовою часткою 20 %
 Хромотропової кислоти динатрієвая сіль 2-водна, ч. д. а. згідно з чинними нормативними документами, водний розчин з масовою часткою 2 %
 Кислота ортофосфорна згідно з ГОСТ 6552
 Розчини водно-етанольні типові з об'ємною часткою метилового спирту в безводному спирті 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,05 і 0,13 % згідно з чинними нормативними документами
 Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.
 Можна застосовувати інші прилади, реактиви, посуд і т. ін. з характеристиками не гіршими за вказані.

6.11.2 Підготовка до визначання

6.11.2.1 Готування водного розчину динатрієвої солі хромотропової кислоти з масовою часткою 2 %

Наважку динатрієвої солі хромотропової кислоти (1,00 ± 0,01) г розчиняють в 25 см³ дисти-

льованої води в мірній колбі місткістю 50 см³ і доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою за температури 20 °С. У разі наявності нерозчинних часток розчин фільтрують. Реактив зберігають у склянці з пришліфованим корком в холодильнику за температури від 2 до 8 °С 5—14 діб, тому рекомендовано готувати 10 см³ розчину, для чого до наважки (0,20 ± 0,01) г в стаканчику для зважування додають 10 см³ дистильованої води, перемішують скляною паличкою до розчинення.

6.11.2.2 Готування водного розчину перманганату калію з масовою часткою 1,5 % в кислому середовищі

Наважку перманганату калію масою (1,50 ± 0,01) г розчиняють під час нагрівання у водяній бані в 50 см³ дистильованої води, додають 7,5 см³ ортофосфорної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³ і доводять до позначки дистильованою водою. Одержаний розчин переносять у склянку з темного скла з пришліфованим корком і використовують для випробовування не раніше ніж через 2 доби.

6.11.2.3 Готування водного розчину сірчистокислового натрію з масовою часткою 20 %

Наважку сірчистокислового натрію масою (20,00 ± 0,1) г розчиняють за температури не вищої ніж 40 °С в 70—80 см³ дистильованої води в мірній колбі місткістю 100 см³, охолоджують до температури (20 ± 0,2) °С і об'єм розчину доводять до позначки дистильованою водою.

Реактив у розчині окислюється киснем повітря і зберігається не більше 5 діб.

6.11.3 Проведення випробування

У пробірки з пришліфованими корками наливають по 2 см³ розчину перманганату калію, в кожену пробірку додають по 0,2 см³ одного з типових розчинів, одразу ж вміст пробірок перемішують і відзначають час для витримки протягом 3 хв, по закінченні витримки вносять по 0,4 см³ сірчистокислового натрію для знебарвлення реакційного середовища і перемішують. Потім доливають по 4 см³ концентрованої сірчаної кислоти, одразу ж перемішують і поміщають на 2—3 хв в баню з холодною водою для охолодження до кімнатної температури. Після чого в кожену пробірку додають по 0,1 см³ розчину динатрієвої солі хромотропової кислоти. Вміст пробірок перемішують і поміщають у баню з киплячою водою на 5 хв.

Потім пробірки виймають і охолоджують до кімнатної температури в бані з холодною водою.

Інтенсивність забарвлення (оптичну густину) в результаті проведеної реакції вимірюють на фотоелектроколориметрі в кюветах товщиною 10 мм з довжиною світлової хвилі 540 нм у порівнянні з дистильованою водою.

6.11.4 Оброблення результатів

За отриманими після колориметрування типових розчинів результатами будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис значення об'ємної частки метилового спирту у перерахунку на безводний спирт, у відсотках, а на осі ординат — відповідні значення оптичних густин.

Оптичну густину кожного розчину визначають не менше трьох разів з одержаних значень знаходять середнє арифметичне.

Залежність між оптичною густиною і об'ємною часткою метилового спирту в типових розчинах на градувальному графіку повинна бути лінійною.

Аналіз спирту здійснюють паралельно з побудовою градувального графіка за наведеною вище методикою. За оптичною густиною досліджуваного спиртового розчину на градувальному графіку визначають об'ємну частку метилового спирту у перерахунку на безводний спирт у спирті етиловому ректифікованому, у відсотках. За остаточний результат вимірювання беруть середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень, різниця між якими не повинна перевищувати 0,002 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

6.11.5 Аналіз етилового спирту — сирцю на вміст метилового спирту проводять відповідно до 6.11.3.

6.11.6 Контроль якості вимірювань

Контроль якості вимірювань виконують відповідно до розділу 8.

Нижня границя визначання (LOD) об'ємної частки метилового спирту в 1 дм³ безводного спирту — 0,002 %.

Лінійність (L) вимірювань метилового спирту в 1 дм³ безводного спирту в діапазоні від 0,002 до 0,13 %.

Значення нормативів контролю похибки визначання об'ємної частки метилового спирту наведені в таблиці 13.

Таблиця 13 — Значення нормативів контролю похибки визначання об'ємної частки метилового спирту

Значення нормативів контролю		
Збіжність, (r), $n = 2, P = 0,95$	Відтворність, (R), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) (K), $P = 0,95$
0,002 %	0,005 %	$\pm 0,002$ %

6.12 Визначання масової концентрації сухого залишку

метод ґрунтується на випарюванні зразка спирту етилового ректифікованого та висушуванні його залишку за температури 105 °С. Масову концентрацію сухого залишку визначають гравіметричним методом.

6.12.1 Апаратура, матеріали

Ваги лабораторні 2 класу з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104

Чашка для випарювання згідно з ГОСТ 9147

Ексикатор із вологовбирачем згідно з ГОСТ 23932

Баня водяна згідно з чинними нормативними документами

Циліндр 1-250 згідно з ГОСТ 1770

Сушильна шафа з автоматичним регулюванням температури в границях від 10 °С вище кімнатної температури до 200 °С згідно з чинними нормативними документами.

6.12.2 Проведення визначання

Чашку для випарювання спирту етилового ректифікованого попередньо висушують за температури 100—105 °С до постійної маси з точністю до десятої частки міліграма. 200 см³ досліджуваного спирту випаровують на киплячій водяній бані, додаючи спирт невеликими порціями. Чашку з залишком поміщають у сушильну шафу, яка відрегульована на температуру 105 °С на 30 хв, а потім — в ексикатор на охолодження протягом 30 хв. І таким чином висушують залишок до постійної маси. Зважування проводять з похибкою не більше 0,0002 г.

6.12.3 Оброблення результатів

Масову концентрацію сухого залишку в спирті етиловому ректифікованому визначають за формулою:

$$\rho = \frac{(m - m_1) \cdot 1000 \cdot 1000}{200}, \quad (8)$$

де ρ — масова концентрація сухого залишку в спирті етиловому ректифікованому, мг/дм³;

m — маса чашки з сухим залишком, г;

m_1 — маса чашки, г;

200 — об'єм досліджуваного спирту, см³.

За остаточний результат вимірювання беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, різниця між якими не повинна перевищувати 0,5 мг сухого залишку в 1 дм³ спирту за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

6.13 Визначання вмісту важких металів і миш'яку

Вміст важких металів і миш'яку визначають відповідно: свинець — згідно з ГОСТ 26932; кадмій — згідно з ГОСТ 26933; ртуть — згідно з ГОСТ 26927; цинк — згідно з ГОСТ 26934; миш'як — згідно з ГОСТ 26930.

Готування зразків, мінералізація — згідно з ГОСТ 26929.

Для арбітражного визначання вмісту важких металів і миш'яку можна застосувати ГОСТ 30178.

7 ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧАННЯ ВМІСТУ МІКРОКОМПОНЕНТІВ У СПИРТІ ЕТИЛОВОМУ РЕКТИФІКОВАНОМУ

Метод ґрунтується на застосуванні капілярної газової хроматографії. Мікрокомпоненти розділяють за допомогою розподілу компонентів між нерухомою (стаціонарною) і рухомою (газ-носієм) фазами.

Тривалість аналізу з використанням капілярних колонок — 20—25 хв.

7.1 Газохроматографічний аналіз вмісту мікрокомпонентів в спирті етиловому ректифікованому виконують згідно з ДСТУ 4222

8 КОНТРОЛЬ ЯКОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ ПІД ЧАС ВИКОНАННЯ ВИПРОБОВУВАННЯ СПИРТУ

8.1 Оперативний контроль збіжності

8.1.1 Оперативний контроль збіжності r проводять під час кожного визначання, порівнюючи результати двох паралельних вимірювань вмісту компонентів у зразку спирту в тій самій пробі, яке проведено відповідно до цього стандарту одним виконавцем.

8.1.2 Результати контролю вважають задовільними за таких умов:

$$r = |\rho_{i1} - \rho_{i2}| \leq r_i \quad (9)$$

де ρ_{i1} , ρ_{i2} — результати паралельних вимірювань i -го компонента в досліджуваній пробі спирту в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³;

$$r = |\phi_{i1} - \phi_{i2}| \leq r_i \quad (10)$$

де ϕ_{i1} , ϕ_{i2} — результати паралельних вимірювань об'ємної частки етилового чи метилового спиртів в перерахунку на безводний спирт, в досліджуваній пробі спирту, %;

r_i — нормативи контролю збіжності i -го компонента в досліджуваній пробі спирту в перерахунку на безводний спирт в мг/дм³, або в % (дані наведені в таблицях 1, 3, 5, 7, 9, 10—13).

Якщо умова не виконується, вимірювання повторюють. У разі повторного одержання негативного результату з'ясовують причини, які призводять до незадовільних результатів контролю, і усувають їх.

Контроль збіжності проводять під час випробовування кожної проби спирту.

8.2 Контроль відтворності

8.2.1 Контроль відтворності R результатів визначання вмісту компонентів у двох зразках в тій самій пробі, які виконані відповідно з цим стандартом різними виконавцями в межах однієї лабораторії, або ряду лабораторій (за різних умов, з різними реактивами, посудом, приладами) за лабораторними контрольними зразками.

8.2.2 Результати контролю вважають задовільними, якщо виконувати такі умови:

$$R = |\rho_{i1} - \rho_{i2}| \leq R_i \quad (11)$$

де ρ_{i1} , ρ_{i2} — результати паралельних вимірювань вмісту i -го компонента в контрольному зразку спирту в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³;

$$R = |\phi_{i1} - \phi_{i2}| \leq R_i \quad (12)$$

де ϕ_{i1} , ϕ_{i2} — результати паралельних вимірювань об'ємної частки етилового чи метилового спиртів в контрольному зразку, в перерахунку на безводний спирт, %;

R_i — нормативи оперативного контролю відтворності i -го компонента в контрольному зразку в перерахунку на безводний спирт, в мг/дм³, або в % (дані наведено в таблицях 1, 3, 5, 7, 9, 10—13).

У разі перевищення нормативу контролю відтворності, вимірювання повторюють. У разі повторного одержання негативного результату з'ясовують причини, які призводять до незадовільних результатів контролю, і усувають їх. Контроль відтворності в межах однієї лабораторії проводять не рідше одного разу за три місяці, а краще один раз на 20 проб. Для наочності використовують контрольні діаграми Шухарта.

8.3 Контроль міри правильності (границі похибки) K

8.3.1 Внутрішній контроль міри правильності (границі похибки) K в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці. В якості такого використовують стандартний зразок або сертифікований стандартний зразок згідно з чинними нормативними документами. Концентрації компонентів у ньому повинні бути близькі до концентрацій в аналізованих зразках від 0,0001 % до 0,0025 % (1,0—20,0 мг/дм³).

$$K = |\bar{\rho}_i - \rho_{i0}| \leq K_n, \text{ та } K = |\bar{\varphi}_i - \varphi_{i0}| \leq K_n, \tag{13}$$

- де $\bar{\rho}_i$ — результат визначань масової концентрації *i*-ого компонента у стандартному зразку в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³;
- ρ_{i0} — атестоване значення масової концентрації *i*-го компонента у стандартному зразку в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³;
- $\bar{\varphi}_i$ — результат визначань об'ємної частки етилового чи метилового спиртів у стандартному зразку в перерахунку на безводний спирт, %;
- φ_{i0} — атестоване значення об'ємної частки етилового чи метилового спиртів у стандартному зразку в перерахунку на безводний спирт, %;
- K_n — норматив контролю міри правильності (границі похибки), наведені в таблицях 1, 3, 5, 7, 9, 10—13.

8.3.2 Зовнішній контроль міри правильності (границі похибки) K здійснюють періодично, але не рідше одного разу на рік у рамках міжлабораторних випробовувань або програм професійного тестування. В якості такого використовують стандартний зразок або сертифікований стандартний зразок згідно з чинними нормативними документами. Концентрації компонентів у ньому повинні бути близько до концентрацій в досліджуваних зразках.

У разі перевищення нормативу контролю міри правильності дослідження повторюють, а у повторному перевищенні вказаного нормативу аналізують причини, що привели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх згідно з внутрішньолабораторною документацією з системи якості.

8.4 Представлення результатів вимірювання

8.4.1 Довірчі границі похибки вимірювання наведено в таблиці 14.

Таблиця 14 — Довірчі границі похибки вимірювання

Назва показника	Одиниця вимірювання	Довірча границя похибки, Δ, P = 0,95
Об'ємна частка етилового спирту	%	±0,06
Проба на окислюваність за температури 20 °С	хв	±0,5
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий	мг/дм ³	±0,15
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1)	мг/дм ³	±0,1
Масова концентрація сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів (3:1:1)	мг/дм ³	±0,5
Масова концентрація вільних кислот, в перерахунку на оцтову	мг/дм ³	±1,0

Закінчення таблиці 14

Назва показника	Одиниця вимірювання	Довірча границя похибки, Δ , $P = 0,95$
Масова концентрація органічних речовин, що омилюються, в перерахунку на оцтовоетиловий естер	мг/дм ³	±1,5
Масова концентрація естерів в перерахунку на оцтовоетиловий естер	мг/дм ³	±0,1
Об'ємна частка метилового спирту	%	± 0,002

Результат визначання вмісту мікрокомпонентів в спирті представляють у вигляді:

$$\varphi = \varphi_{\text{ср}} \pm \Delta\varphi \quad \text{та} \quad \rho = \rho_{\text{ср}} \pm \Delta\rho, \quad \tau = \tau_{\text{ср}} \pm \Delta\tau, \quad (14)$$

- де $\varphi_{\text{ср}}$ — об'ємна частка етилового чи метилового спиртів в перерахунку на безводний спирт, %,
 $\rho_{\text{ср}}$ — масова концентрація мікрокомпонентів (альдегди; естери; сивушне масло, кислоти; органічні речовини, що омилюються), в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³;
 $\tau_{\text{ср}}$ — час у хвилинах (у випадку проби на окислюваність спирту),
 Δ — довірча границя похибки вимірювання об'ємної частки у відсотках або масової концентрації мікрокомпонентів спирту в мг/дм³, наведено в таблиці 14.

Вважають, що спирт пройшов випробовування згідно з цим стандартом, якщо в даних показниках якості враховано довірчу границю похибки.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

**ПОПРАВКОВІ ЗНАЧЕННЯ ОПТИЧНОЇ ГУСТИНИ
ЗАЛЕЖНО ВІД МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ АЛЬДЕГІДІВ ДЛЯ ФЕК-56**

Масова концентрація альдегідів у ректифікованому спирті в перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті, мг/дм ³	Значення розрахункової оптичної густини за фотоелектроколориметром
	ФЕК-56М
1,0	0,035
1,5	0,040
2,0	0,045
2,5	0,055
3,0	0,060
3,5	0,065
4,0	0,070
4,5	0,075
5,0	0,080

Масова концентрація альдегідів у ректифікованому спирті в перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті, мг/дм ³	Значення розрахункової оптичної густини за фотоелектроколориметром ФЕК-56М
6,0	0,090
7,0	0,100
8,0	0,110
9,0	0,120
10,0	0,130

ДОДАТОК Б
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Fluka. Catalogue 15. Chemica-BioChemica, 1986/87, Copyright, 1986 by Fluka AG, Buchs-p. 1153
- 2 Таблиці для визначання об'ємної частки спирту в водно-спиртових розчинах. Київ: 2001

71.080.60

Ключові слова: спирт етиловий ректифікований, спирт етиловий — сирець, відбирання проб, правила приймання, метод аналізу, органолептичні показники, об'ємна частка, окислюваність, масова концентрація, фотоколориметричний метод, газохроматографічний метод, градувальний графік.
