

Изменение № 1 ГОСТ 32036—2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 81-П от 27.10.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11533

За принятия изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: АМ, КГ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на спирт этиловый-сырец, этиловый ректификованный и этиловый питьевой 95 %-ный* из пищевого сырья (далее — спирт), зерновые и висковые дистилляты, спиртные зерновые дистиллированные напитки, виски, ром и устанавливает правила приемки, методы отбора проб (кроме спиртных напитков) и методы анализа:».

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ ИСО 5725-1—2003 дополнить знаком сноски: *;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-2—2003 дополнить знаком сноски: **;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-4—2003 дополнить знаком сноски: ***;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-6—2002 дополнить знаком сноски: *4;

ссылку на ГОСТ 24104—2001 дополнить знаком сноски: *5;

раздел 2 дополнить сносками:

« _____

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002.

*4 На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

*5 На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

заменить ссылку: ГОСТ 26319—88 на ГОСТ 26319—84;

дополнить ссылками:

«ГОСТ 131—2013 Спирт этиловый-сырец из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 32013—2012 Спирт этиловый. Метод определения наличия фурфурола

ГОСТ 32080—2013 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 32930—2014 Спирт этиловый из пищевого сырья, напитки спиртные. Спектрофотометрический метод определения содержания массовой концентрации фурфурола».

Раздел 3. Четвертый абзац. Заменить номер пункта: «3.2» на «3.3»;

пятый абзац. Заменить номер пункта: «3.3» на «3.4»;

дополнить пунктами — 3.5—3.9:

«3.5 **зерновой дистиллят**: Алкогольная продукция крепостью до 94,8 % об., получаемая одно- или многократной дистилляцией сброженного зернового сусла из зерна злаковых культур и/или сброженного солодового сусла из зерна злаковых культур, имеющая вкус и аромат исходного сырья, невыдержанная или выдержанная в постоянном контакте с древесиной дуба.

3.6 **висковый дистиллят**: Дистиллят крепостью от 60,0 % об. до 94,8 % об., изготовленный одно- или многократной дистилляцией сброженного зернового и/или солодового сусла из зерна злаковых культур (ячмень, и/или рожь, и/или пшеница, и/или кукуруза), имеющий вкус и аромат исходного сырья, невыдержанный или выдержанный не менее трех лет в дубовых бочках вместимостью не более 700 дм³.

3.7 **спиртной зерновой дистиллированный напиток**: Спиртной напиток крепостью от 35,0 % об. до 60,0 % об., изготовленный из невыдержанных или выдержанных зерновых дистиллятов, с добавлением или без добавления сахара и других сахаросодержащих продуктов, натуральных вкусоароматических компонентов, натурального красителя (сахарного колера), питьевой исправленной воды.

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—05—01.

3.8 **виски:** Спиртной напиток крепостью от 40,0 % об. до 60 % об., изготовленный купажированием висковых солодовых выдержанных дистиллятов, висковых зерновых выдержанных дистиллятов или их смеси с исправленной водой с добавлением или без добавления сахарного колера.

3.9 **ром:** Спиртной напиток с объемной долей этилового спирта от 40,0 % до 50,0 %, изготовленный из ромовых дистиллятов».

Раздел 4. Пункты 4.1—4.6 и 4.9. После слова «спирт» дополнить словом: «,дистилляты»;
дополнить пунктом — 4.10:

«4.10 Правила приемки спиртных напитков — по ГОСТ 32080».

Пункт 5.1. Заменить слова: «, действующим на территории стран, принявших стандарт,» на «ГОСТ 131 или ГОСТ 5962»;

дополнить подпунктом — 5.1.1:

«5.1.1 Для определения органолептических и физико-химических показателей качества дистиллятов в цистернах на соответствие требованиям, действующим на территории стран, принявших стандарт, от каждой цистерны отбирают объединенную пробу, объем которой должен быть не менее 2,0 дм³»;

пункты 5.1—5.5 и 5.7. После слова «спирт» дополнить словом: «, дистилляты»;

дополнить пунктом — 5.11:

«5.11 Отбор проб спиртных напитков — по ГОСТ 32080».

Подраздел 6.5. Наименование изложить в новой редакции:

«6.5 Определение фурфурола»;

заменить слова: «- по нормативным документам, действующим на территории стран, принявших стандарт» на «в спирте (кроме спирта этилового сырца) — по ГОСТ 32013»;

дополнить абзацем:

«Определение массовой концентрации фурфурола в дистиллятах и спиртных напитках — по ГОСТ 32930».

Пункты 6.6.1, 6.7.1, 6.9.1, 6.10.1, 6.11.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы аналитические, с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г, прошедшие процедуру утверждения типа в соответствии с порядком, установленным на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 6.6.1 (последний абзац). Заменить слова: «Стандартные образцы (ОСО). Типовой реактив» на «Растворы».

Пункты 6.7.1 (последний абзац), 6.8.1 (одиннадцатый абзац), 6.11.1 (четвертый абзац). Заменить слова: «Стандартные образцы (ОСО). Типовые реактивы» на «Растворы».

Пункт 6.6.2. Второй абзац. Заменить значение: «(10,000 \pm 0,001)» на «(10,00 \pm 0,01)».

Подраздел 6.7. Пятый абзац. Заменить значение: «10» на «15».

Пункты 6.7.1, 6.10.1, 6.11.1, второй абзац; 6.8.1, первый абзац. После слова «(фотоэлектроколориметр)» дополнить словами: «, со спектральным диапазоном измерений 315—980 нм, диапазоном измерений коэффициента пропускания от 100 % до 5 %, диапазоном измерения оптической плотности 0,0—1,3, пределами допускаемого значения абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания ± 1 %».

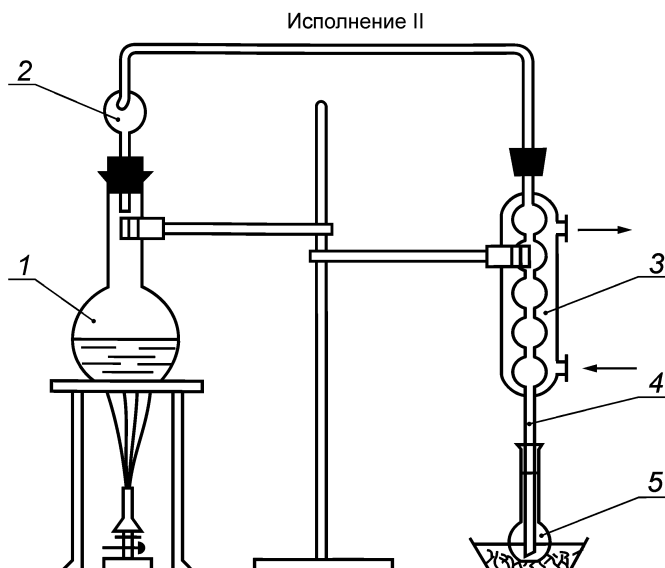
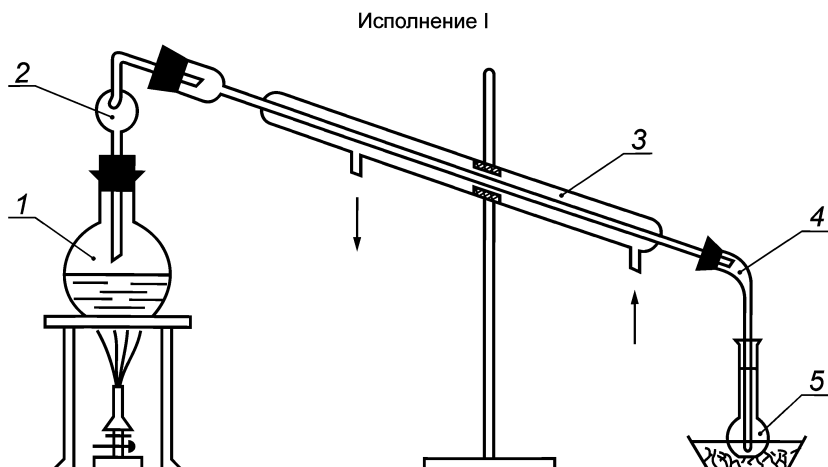
Пункт 6.7.1. Десятый абзац. После слов «высшей очистки» дополнить словами: «или «Экстра», или «Люкс» по ГОСТ 5962»;

тринадцатый абзац. После слов «безводного спирта» дополнить словами: «(для анализа спирта)»;
дополнить абзацами:

«Растворы уксусного альдегида массовой концентрации 2, 4, 10 и 15 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа дистиллятов и спиртных напитков).

Установка лабораторная для перегонки этилового спирта (исполнение I или II), состоящая из перегонной (плоскодонной или круглодонной) колбы 1, соединенной через каплеуловитель 2 с зашлифованной нижней частью холодильника 3. Допускается использовать колбу, закрывающуюся резиновой пробкой с отверстием, в которое вмонтирован каплеуловитель с оплавленным концом. Холодильник соединен с приемной колбой 5 стеклянной трубкой 4 с вытянутым узким концом, который должен доходить почти до дна приемной колбы, но не касаться его (рисунок 1).

Лабораторная установка для перегонки спирта должна отвечать требованиям герметичности.



1 — перегонная колба (плоскодонная или круглодонная); 2 — каплеуловитель; 3 — холодильник (ХПТ или ХШ);
4 — стеклянная трубка; 5 — приемная колба

Рисунок 1 — Прибор для перегонки спирта

Дистиллятор автоматический с требованиями к потоку воды: минимальное давление — 2 бар, скорость потока — 2 л/мин, температура — не выше 18 °С.

Подпункт 6.7.2.1. Заменить значение: «(2,000 ± 0,005)» на «(2,00 ± 0,01)».

Подпункт 6.7.4.1. После слов «высшей очистки» дополнить словами: «или «Экстра», или «Люкс» (2 раза).

Подраздел 6.7 дополнить пунктом — 6.7.4а (после пункта 6.7.4):

«6.7.4а Проведение анализа дистиллятов/спиртных напитков»

6.7.4а.1 Подготовка проб для проведения анализа

6.7.4а.1.1 Пробы дистиллятов/спиртных напитков могут иметь окраску. Перед проведением анализа их подвергают перегонке на лабораторной установке для перегонки этилового спирта или на автоматическом дистилляторе.

Если объемная доля этилового спирта в дистиллятах/спиртных напитках превышает 40 %, то пробы разбавляют дистиллированной водой до объемной доли этилового спирта 40 % при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С.

Объем пробы V_1 , см³, который берут для разбавления до объемной доли этилового спирта 40 %, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{V_2 \cdot X_2}{X_1}, \quad (2a)$$

где V_2 — объем раствора, который необходимо приготовить, см³;

X_2 — объемная доля этилового спирта, равная 40 %;

X_1 — исходная объемная доля этилового спирта в дистилляте/спиртном напитке, %.

Затем их отгоняют на лабораторной установке для перегонки этилового спирта или на автоматическом дистилляторе.

6.7.4а.1.2 Определение объемной доли этилового спирта в дистиллятах/спиртных напитках после перегонки

Объемную долю этилового спирта в дистилляте/спиртном напитке после перегонки определяют ареометрическим, пикнометрическим методом или с применением электронных автоматических приборов в соответствии с ГОСТ 32080 (подраздел 5.3).

После перегонки дистилляты/спиртные напитки разбавляют в 2 раза дистиллированной водой до объемной доли этилового спирта 20 % при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С.

6.7.4а.2 Анализ дистиллятов/спиртных напитков

Анализ проводят в двух параллельных пробах по 6.7.2.2, заменяя растворы уксусного альдегида анализируемым дистиллятом/спиртным напитком. Градуировочный график строят с использованием растворов с содержанием уксусного альдегида 2, 4, 10 и 15 мг/дм³ безводного спирта (для анализа дистиллятов/спиртных напитков).

6.7.4а.3 Обработка результатов

Массовую концентрацию альдегидов в дистиллятах/спиртных напитках вычисляют по формуле (1).

Если величина оптической плотности $D > 0,7$, то пробу дистиллята/спиртного напитка разбавляют этиловым ректификованным спиртом высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» объемной долей этилового спирта 20 % (в 10, 20 или 100 раз) до тех пор, пока не будет получена величина оптической плотности $D \leq 0,7$. Затем измеряют оптическую плотность и вычисляют массовую концентрацию альдегидов по формуле (1) с последующим умножением найденного значения на коэффициент разведения»;

дополнить пунктом — 6.7.8:

«6.7.8 Определение массовой концентрации альдегидов (качественный метод)

Метод основан на реакции присутствующих в анализируемом спирте альдегидов с фуксинсернистым реактивом I с образованием окрашенных продуктов реакции.

6.7.8.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы аналитические, с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г, прошедшие процедуру утверждения типа в соответствии с порядком, установленным на территории государства, принявшего его стандарт.

Ареометр стеклянный для спирта АСП-1 или АСП-2 по ГОСТ 18481.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления 0,1 °С.

Цилиндры стеклянные 1—50/335 по ГОСТ 18481 или 1—500 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—1—2—2 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2—100—2, 1—1000 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—25, 1—100, 1—250, 1—1000 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Секундомер 3-го класса точности, с допускаемой погрешностью за 30 мин $\pm 1,6$ с, диапазоном рабочих температур от -20 °С до $+40$ °С.

Штатив для пробирок.

Пробирки П4-50 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Растворы уксусного альдегида массовой концентрации 2, 4 и 10 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа спирта). Растворы уксусного альдегида массовой концентрации 15 и 25 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа спирта этилового-сырца).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающая пробу Саваля, или по ГОСТ 14262, о. ч., концентрированная.

Фуксинсернистый реактив I.

6.7.8.2 Подготовка к анализу

а) Приготовление водного раствора пироксернистоокислого натрия (плотность 1,308 г/см³)

Навеску пироксернистоокислого натрия (40,00 ± 0,01) г помещают в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³, приливают 40 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают, содержимое настаивают не менее 6 ч.

Насыщенный раствор отфильтровывают в цилиндр вместимостью 100 см³ и доводят его относительную плотность до 1,308 г/см³.

Раствор пироксернистоокислого натрия готовят непосредственно перед его использованием.

б) Приготовление раствора фуксинсернистого реактива I

Навеску основного фуксина или основного парафуксина массой (1,00 ± 0,01) г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 700 см³ дистиллированной воды и растворяют при температуре не выше 80 °С. Охлаждают до температуры (20,0 ± 0,2) °С, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

150 см³ приготовленного раствора фуксина вносят в склянку с пришлифованной пробкой вместимостью 1500—2000 см³, добавляют 100 см³ водного раствора пироксернистоокислого натрия (плотность 1,308 г/см³) и перемешивают. Затем добавляют 1000 см³ дистиллированной воды и 15 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают и выдерживают до обесцвечивания раствора.

Раствор хранят в темном месте при температуре (20,0 ± 5,0) °С не более 9 мес.

6.7.8.3 Проведение анализа этилового ректифицированного спирта

В одну пробирку с пришлифованной пробкой вносят 10 см³ анализируемого водно-спиртового раствора концентрацией 50 % (по объему), в другую — 10 см³ соответствующего раствора уксусного альдегида. Раствор уксусного альдегида берут в соответствии с сортом анализируемого спирта. В обе пробирки приливают по 2 см³ фуксинсернистого реактива I, закрывают пришлифованными пробками, перемешивают содержимое обеих пробирок и выдерживают в течение 20 мин при комнатной температуре. Образовавшуюся окраску растворов визуально сравнивают на белом фоне.

Если окраска анализируемого раствора совпадает с окраской раствора уксусного альдегида или менее интенсивна, то массовая концентрация альдегидов в спирте не превышает нормируемого показателя для данного сорта спирта.

6.7.8.4 Проведение анализа этилового спирта-сырца

Альдегиды в этиловом спирте-сырце определяют по 6.7.8.3. Перед анализом этиловый спирт-сырец разбавляют дистиллированной водой до концентрации 50 % (по объему), а затем разбавляют в 10 раз раствором ректифицированного этилового спирта концентрацией 50 % (по объему) и тщательно перемешивают.

Подраздел 6.8. Четвертый абзац. Заменить значение: «15» на «30».

Пункт 6.8.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 1—100—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770»;

пятый абзац. После слова «Пипетки» дополнить обозначением: «1—2—2—1.»;

одиннадцатый абзац. После слов «безводного спирта» дополнить словами: «(для анализа спирта)»;

дополнить абзацем (после одиннадцатого):

«Растворы сивушного масла массовой концентрации 2, 8, 15 и 30 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа дистиллятов и спиртных напитков)»;

двенадцатый абзац. После слов «высшей очистки» дополнить словами: «или «Экстра», или «Люкс» по ГОСТ 5962»;

дополнить подпунктом — 6.8.2.1а (перед подпунктом 6.8.2.1):

«6.8.2.1а Приготовление спиртового раствора с объемной долей салицилового альдегида 1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1 см³ салицилового альдегида и доводят объем до метки этиловым ректифицированным спиртом и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при температуре (20,0 ± 5,0) °С не более 9 мес»;

дополнить пунктом — 6.8.4а:

«6.8.4а Проведение анализа дистиллятов/спиртных напитков»

6.8.4а.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика зависимости оптической плотности от массовой концентрации сивушного масла используют растворы, указанные в 6.8.1.

В четыре пробирки с пришлифованными пробками вносят по 10 см³ концентрированной серной кислоты, осторожно по стенке пробирки приливают поочередно по 5 см³ растворов сивушного масла массовой концентрации 2, 8, 15 и 30 мг/дм³ безводного спирта (для анализа дистиллятов/спиртных напитков), чтобы не происходило смешения жидкостей, а образовывалось два слоя. Затем в каждую пробирку приливают по 0,5 см³ спиртового раствора салицилового альдегида, пробирки закрывают пробками, содержащее их перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин.

Интенсивность образовавшейся окраски измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм при длине волны 540 нм в сравнении с дистиллированной водой.

Анализ каждого раствора проводят не менее трех раз и из полученных значений оптической плотности вычисляют среднеарифметическое значение.

По полученным значениям строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию сивушного масла (мг/дм³ безводного спирта), а на оси ординат соответствующее значение оптической плотности.

Зависимость между оптической плотностью и содержанием сивушного масла должна быть прямойлинейной.

6.8.4а.2 Анализ дистиллятов/спиртных напитков

Анализ проводят в двух параллельных пробах по 6.8.5.1, заменяя растворы сивушного масла анализируемым дистиллятом/спиртным напитком.

Подготовку пробы дистиллята/спиртного напитка для проведения анализа проводят по 6.7.4а.1.

6.8.4а.3 Обработка результатов

Массовую концентрацию сивушного масла в дистиллятах/спиртных напитках вычисляют по формуле (5).

Если величина оптической плотности $D > 0,7$, то пробу дистиллята/спиртного напитка разбавляют этиловым ректификованным спиртом высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» объемной долей этилового спирта 20 % (в 10, 20 или 100 раз) до тех пор, пока не будет получена величина оптической плотности $D \leq 0,7$. Затем измеряют оптическую плотность и вычисляют массовую концентрацию сивушного масла по формуле (5) с последующим умножением найденного значения на коэффициент разведения»;

дополнить пунктом — 6.8.8:

«6.8.8 Определение массовой концентрации сивушного масла (качественный метод)

Метод основан на реакции присутствующих в анализируемом спирте высших спиртов с раствором салицилового альдегида в присутствии серной кислоты с образованием окрашенных продуктов реакции.

6.8.8.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Пипетки 1—1—2—0,5; 1—2—2—5 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Секундомер 3-го класса точности, с допускаемой погрешностью за 30 мин $\pm 1,6$ с, диапазоном рабочих температур — от -20 °С до $+40$ °С.

Штатив для пробирок.

Колба мерная 2—200—2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П4-50 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336.

Раствор спиртовой с объемной долей салицилового альдегида 1 %.

Растворы сивушного масла массовой концентрации 2, 3, 4, 5 и 15 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа спирта). Раствор сивушного масла массовой концентрации 25 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа спирта этилового-сырца).

Кислота серная по ГОСТ 14262, о. ч., концентрированная.

Спирт этиловый ректификованный высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» по ГОСТ 5962.

6.8.8.2 Проведение анализа ректификованного спирта

В две пробирки с пришлифованными пробками вносят по 10 см³ концентрированной серной кислоты и осторожно по стенке пробирки приливают по 0,2 см³ спиртового раствора салицилового альдегида. В одну пробирку приливают 5 см³ анализируемого спирта, а в другую — 5 см³ соответствующего раствора для определения сивушного масла. Массовую концентрацию раствора сивушного масла берут в зависимости от массовой концентрации сивушного масла в анализируемом сорте спирта. Пробирки закрывают пробками, содержащее их перемешивают и выдерживают в течение 20 мин при комнатной температуре. Образовавшуюся окраску растворов визуально сравнивают на белом фоне.

Если окраска анализируемого раствора совпадает с окраской раствора сивушного масла или менее интенсивна, то массовая концентрация сивушного масла не превышает нормируемого показателя для данного сорта спирта.

Допускается проводить определение сивушного масла не более чем в шести образцах одновременно.

6.8.8.3 Проведение анализа этилового спирта-сырца

Сивушное масло в этиловом спирте-сырце определяют по 6.8.8.2. Перед анализом этиловый спирт-сырец разбавляют в 200 раз этиловым ректификованным спиртом высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» и тщательно перемешивают. Для этого 1 см³ этилового спирта-сырца помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³ и объем ее доводят до метки этиловым ректификованным спиртом высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» при температуре (20 ± 0,2) °С и перемешивают.

Подраздел 6.10 дополнить пунктом — 6.10.4а:

«6.10.4а Проведение анализа дистиллятов/спиртных напитков

6.10.4а.1 Подготовку пробы дистиллята/спиртного напитка для проведения анализа проводят по 6.7.4а.1.

6.10.4а.2 Анализ дистиллятов/спиртных напитков проводят по 6.10.3.

6.10.4а.3 Обработка результатов

Массовую концентрацию сложных эфиров в дистиллятах/спиртных напитках вычисляют по формуле (10).

Если величина оптической плотности $D > 0,7$, то пробу дистиллята/спиртного напитка разбавляют этиловым ректификованным спиртом высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» объемной долей этилового спирта 20 % (в 10, 20 или 100 раз) до тех пор, пока не будет получена величина оптической плотности $D \leq 0,7$. Затем измеряют оптическую плотность и вычисляют массовую концентрацию сложных эфиров по формуле (10) с последующим умножением найденного значения на коэффициент разведения».

Подраздел 6.11. Четвертый абзац. Заменить значение: «0,05 %» на «0,1 %».

Пункт 6.11.1. Четвертый абзац. Второе предложение изложить в новой редакции:

«Растворы метилового спирта объемной долей 0,003 %, 0,02 %, 0,03 % и 0,05 % в пересчете на безводный спирт (для анализа спирта)»;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Растворы метилового спирта объемной долей 0,03 %, 0,05 % и 0,1 % в пересчете на безводный спирт (для анализа дистиллятов и спиртных напитков)».

Подпункт 6.11.2.4. Второй абзац. Заменить значения: «0,01 %, 0,03 % и 0,05 %» на «0,02 %, 0,03 %, 0,05 % и 0,003 %».

Дополнить пунктом 6.11.3а:

«6.11.3а Проведение анализа дистиллятов/спиртных напитков

6.11.3а.1 Подготовку пробы дистиллята/спиртного напитка для проведения анализа проводят по 6.7.4а.1.

Анализ проводят в двух параллельных пробах по 6.11.2.4, заменяя растворы метилового спирта анализируемым дистиллятом/спиртным напитком.

Градуировочный график строят с использованием растворов метилового спирта с объемной долей 0,03 %, 0,05 % и 0,1 % в пересчете на безводный спирт (для анализа дистиллятов/спиртных напитков).

6.11.3а.2 Обработка результатов

Объемную долю метилового спирта в дистиллятах/спиртных напитках вычисляют по формуле (12).

Если величина оптической плотности $D > 0,7$, то пробу дистиллята/спиртного напитка разбавляют этиловым ректификованным спиртом высшей очистки или «Экстра», или «Люкс» объемной долей этилового спирта 20 % (в 10, 20 или 100 раз) до тех пор, пока не будет получена величина оптической плотности $D \leq 0,7$. Затем измеряют оптическую плотность и вычисляют объемную долю метилового спирта по формуле (12) с последующим умножением найденного значения на коэффициент разведения».

Пункт 6.11.7. Наименование изложить в новой редакции:

«6.11.7 Определение объемной доли метилового спирта (качественный метод)»;

второй абзац исключить.

Подпункт 6.11.7.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Растворы метилового спирта объемной долей 0,003 %, 0,02 %, 0,03 % и 0,05 % в пересчете на безводный спирт (для анализа спирта). Раствор метилового спирта объемной долей 0,13 % в пересчете на безводный спирт (для анализа спирта-сырца)»;

одинадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Кислота серная химически по ГОСТ 4204, ч. или по ГОСТ 14262, о.ч., концентрированная и разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:1.»;

дополнить абзацами:

«Бюретка 1—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы мерные 2—100—2, 1—1000 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—25, 1—50 по ГОСТ 1770»;

дополнить подпунктом 6.11.7.1а:

«6.11.7.1а Подготовка к анализу

а) Приготовление водного раствора пиросернистокислого натрия (плотность 1,262 г/см³)

Навеску пиросернистокислого натрия (20,00 ± 0,01) г помещают в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают, содержимое настаивают не менее 6 ч.

Насыщенный раствор отфильтровывают в цилиндр вместимостью 50 см³ и доводят его относительную плотность до 1,262 г/см³.

Раствор пиросернистокислого натрия готовят непосредственно перед его использованием.

б) Приготовление раствора фуксинсернистого реактива II

Навеску основного фуксина или основного парафуксина массой (1,00 ± 0,01) г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 700 см³ дистиллированной воды и растворяют при температуре не выше 80 °С. Охлаждают до температуры (20,0 ± 0,2) °С, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученный раствор фуксина переливают в склянку с пришлифованной пробкой вместимостью 1500—2000 см³, добавляют 25 см³ водного раствора пиросернистокислого натрия (плотность 1,262 г/см³) и перемешивают. Когда жидкость приобретет слабо-розовую окраску, к ней добавляют 4,8 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают и выдерживают до тех пор, пока окраска раствора не станет бесцветной или слабо-желтой.

Раствор хранят в темном месте при температуре (20,0 ± 5,0) °С не более 9 мес.

Подпункт 6.11.7.2. Второе предложение. Исключить слова: «этилового-сырца»; заменить слова: «типового реактива объемной долей метилового спирта 0,13 %» на «соответствующего раствора метилового спирта»;

седьмое предложение. Заменить значения: «3—5 мин» на «35 мин»;

восьмое предложение. Исключить слова: «этиловым-сырцом»;

дополнить абзацами:

«Для анализа спирта сорта «Альфа» используют раствор с объемной долей метилового спирта 0,003 %, спиртов «Люкс» и «Экстра» — 0,02 %, высшей очистки — 0,03 %, «Базис» и первого сорта — 0,05 %, спирта-сырца — 0,13%.

В этиловом ректифицированном спирте и этиловом спирте-сырце, выработанных из сахаросодержащего сырья, объемную долю метилового спирта не определяют».

Элемент «Библиография». Позиция [3]. Заменить ссылку: ИСО 8258:1991 на ISO 7870-2:2013.

(ИУС № 2 2016 г.)