

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения спирта
(алкоголя)Milk products.
Method of alcohol determinationГОСТ
3629—47*Взамен
ОСТ ВКС 7761
в части методов
определения
содержания спирта

ОКСТУ 9209

Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов при Совете Министров Союза ССР 15 апреля 1947 г. Срок введения установлен

01.09.47

Проверен в 1991 г. Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.91 № 2330 снято ограничение срока действия

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

Метод основан на определении при помощи пикнометра относительной массы (d_{20}^{20}) раствора отгона, полученного из продукта.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1—2. (Исключены, Изм. № 1).

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

4. (Исключен, Изм. № 1).

5. Аппаратура, материалы и реактивы:

- пикнометр по ГОСТ 22524—77, вместимостью от 25 до 50 см³;
- весы лабораторные 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 200 г, поверочная цена деления 0,001 г по ГОСТ 24104—88 (для взвешивания пикнометров);
- весы лабораторные 4-го класса точности, наибольший предел взвешивания 500 г, поверочная цена деления 0,1 г по ГОСТ 24104—88 (для взвешивания продукта);
- секундомер механический;
- шкаф сушильный электрический, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 40 до 200 °С, с допускаемыми отклонениями ± 1 °С от заданной;
- термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 15 до 25 °С, с допускаемыми отклонениями ± 0,1 °С от заданной;
- термометр ртутный стеклянный, диапазон измерения от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С по ГОСТ 28498—90;
- эксикатор исполнения 1 по ГОСТ 25336—82;
- стаканы стеклянные исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336—82;
- пипетка вместимостью 10 см³ по документации по стандартизации;
- колба для перегонки типа К, исполнения 1, вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82;
- колба мерная исполнения 1 или 2, вместимостью 100 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;
- палочка стеклянная;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Издание с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1983 г. (ИУС 1—84)

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

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

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

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

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

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

9. Во время проведения определения температура воды в стакане и термостате должна быть $(30,0 \pm 0,2)$ °С.

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

11. «Водное число» пикнометра P_w вычисляют по формуле

$$P_w = m_2 - m_1,$$

где m_1 — масса пустого пикнометра с пробкой, г;

m_2 — масса пикнометра с водой и пробкой, г.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Примечание. Допускается нейтрализация навески продукта по расчету, если имеются данные по кислотности пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

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

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_1}{P_v}$$

где m_1 — масса пустого пикнометра с пробкой, г;

m_2 — масса пикнометра с раствором отгона, г;

P_v — «водное число» пикнометра.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ

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

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