

ГОСТ 14352—73

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФУРФУРОЛА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ**Метод определения фурфурола**

Cognac spirits.
Method for determination of furfural

ГОСТ
14352—73

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на коньячные спирты и устанавливает колориметрический метод определения фурфурола, основанный на образовании в кислой среде соединения фурфурола с анилином красного цвета.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Термометры 1-А4 или 1-Б4 или 2-А3 или 2-Б3 или 3-А5 или 3-Б5 по ТУ 25—2021—003—88Е.

Колориметр фотоэлектрический по НТД.

Колбы 1—200—2 или 2—200—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 8—2—0,1; 8—2—0,2; 6—2—5 или 7—2—5; 2—2—5 или 3—2—5; 6—2—10 или 7—2—10; 2—2—10 или 3—2—10.

Пробирки П-4 по ГОСТ 25336.

Капельницы по ГОСТ 25336.

Колбы КП-1—50 или КП-2—50 по ГОСТ 25336.

Холодильники типа ХТП по ГОСТ 25336.

Алонжи по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Ампулы стеклянные.

Баня песчаная.

Асбест.

Анилин по ГОСТ 5819, ч. д. а. (фракция с температурой кипения 183 °С—184 °С).

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты динатриевая соль (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с массовой концентрацией 18,6 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962**, раствор с объемной долей 40 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фурфурол по ГОСТ 10930, свежеперегнаный, фракция с температурой кипения 160 °С—165 °С. При перегонке фурфурола фракцию с температурой кипения 160 °С—165 °С отбирают из приемника в ампулу. Когда ампула наполнится, открытый кончик капилляра запаивают.

Перегонку анилина и фурфурола осуществляют на песчаной бане в колбе КП-1—50 или КП-2—50, обложенной асбестом. Приемником служит стаканчик типа СВ.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление раствора А

Взвешивают маленькую ампулу, записывают результат взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, ампулу наполняют фурфуролом, погружая конец капилляра в фурфурол, находящийся в большой ампуле. Одновременно слегка нагревают шарик маленькой ампулы на пламени горелки. В момент наполнения шарик охлаждают водой. Когда ампула наполнится, открытый кончик капилляра запаивают. Ампулу осторожно вытирают и взвешивают. Разница между массой наполненной и пустой ампулы является массой фурфурола. Затем рассчитывают для данной массы фурфурола количество спирта с объемной долей 40 %, необходимое для получения раствора с массовой концентрацией фурфурола 200 мг/дм³. После этого отмеривают рассчитанное количество спирта в темную склянку с притертой пробкой, опускают в склянку-ампулу с фурфуролом и закрывают пробкой. Сильно встряхивая склянку, разбивают ампулу и раствор хорошо перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Приготовление раствора Б

10 см³ раствора А отмеривают в мерную колбу вместимостью 200 см³ и содержимое колбы доводят до метки спиртом с объемной долей 40 %.

2.3. Построение градуировочного графика 2, 3, 4, 5, 6, 7 и 8 см³ раствора Б вносят в пробирки с притертыми пробками. Содержимое каждой пробирки доводят спиртом с объемной долей 40 % до 10 см³, добавляют одну каплю раствора трилона Б, а затем 0,2 см³ анилина и 0,1 см³ соляной кислоты, отмеренных только соответствующими микропипетками (соляную кислоту необходимо дозировать особенно точно). Содержимое пробирок перемешивают и оставляют в темном месте на 35 мин.

Массовая концентрация фурфурола в полученных растворах сравнения будет соответственно 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8 мг/100 см³.

Оптическую плотность раствора сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре при синезеленом светофильтре ($\lambda_{\max} = 490 \pm 10$ нм) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 мм. Каждый раствор сравнения колориметрируют не ранее чем через 35 мин и не позже чем через 50 мин после его приготовления. В качестве контрольного раствора берут дистиллированную воду. По полученным данным строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Коньячный спирт разбавляют дистиллированной водой до получения раствора с объемной долей спирта 40 %. Затем 10 см³ коньячного спирта с объемной долей 40 % отмеряют в пробирку с притертой пробкой, вносят 1 каплю раствора трилона Б, 0,2 см³ анилина и 0,1 см³ соляной кислоты точно так же, как описано в п. 2.3, смесь перемешивают и оставляют в темном месте. При массовой концентрации фурфурола в пробе более 2 мг/100 см³ безводного спирта берут 5 см³ коньячного спирта с объемной долей 40 % и объем доводят до 10 см³ раствором этилового спирта с объемной долей 40 %. Одновременно с анализируемым раствором готовят контрольный раствор из таких же количеств коньячного спирта с объемной долей 40 % раствора трилона Б и анилина (без соляной кислоты). Анализируемый раствор колориметрируют не ранее чем через 35 мин и не позднее чем через 50 мин после его приготовления, вместе с контрольным раствором.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую концентрацию фурфурола в коньячном спирте (X), мг на 100 см³ безводного спирта, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot 10 \cdot 100}{40 \cdot B} = \frac{25 \cdot A}{B},$$

где A — массовая концентрация фурфурола в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг на 100 см³;

B — объем коньячного спирта с объемной долей 40 %, взятый для колориметрирования, см³;

100 — коэффициент для пересчета результатов анализа на 100 см³ безводного спирта;

С. 3 ГОСТ 14352—73

40 — объемная доля спирта в анализируемом растворе, %;

10 — объем анализируемого раствора, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Вычисление проводят до второго десятичного знака. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют его до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,14 мг на 100 см³ безводного спирта.

4.4. Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух измерений, полученных в разных лабораториях для одной партии при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать 0,3 мг на 100 см³ безводного спирта.

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Минпищепромом СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н.А. Мехузла, канд. техн. наук; О.С. Захарина, канд. биолог. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.07.73 № 1794

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14352—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 3118—77	1
ГОСТ 5819—78	1
ГОСТ 5962—67	1
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 10652—73	1
ГОСТ 10930—74	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 25336—82	1
ТУ 25—2021—003—88Е	1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ (март 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1985 г., декабре 1989 г. (ИУС 5—85, 4—90)