

2.5 Лабораторная работа №4. Определение объемной доли этилового спирта в сырье, полуфабрикатах, готовой продукции бродильных производств.

Тема: Определение объемной доли этилового спирта в продукции бродильных производств.

Цель: Научить определять объемную долю этилового спирта в продукции бродильных производств различными методами.

Ход работы

Количественное определение этилового спирта в различных объектах - одна из основных задач химико-технологического контроля бродильных производств. Неточное определение спирта может привести к выпуску нестандартной продукции, неправильному учету выхода целевого продукта и расхода сырья.

Содержание этилового спирта в водных растворах (крепость водно-спиртовых растворов) выражают в *объемных* (в ликероводочных изделиях), *массовых* (в пиве, квасе) и *молярных* процентах (при составлении материальных балансов при перегонке бражки и ректификации спирта). Для пересчета содержания спирта от одних концентраций к другим используют специальные формулы и таблицы (приложение 2).

Методы количественного определения этилового спирта можно разделить на *физические, физико-химические и химические*.

Физические и физико-химические методы

Сущность физических методов определения концентрации этанола сводится к нахождению какого-либо физического параметра исследуемого раствора, который изменяется закономерно с изменением его концентрации. Чаще других показателей определяют *плотность, показатель преломления, разность показателей преломления исследуемого вещества и воды*. Измерив одну из этих величин, по таблицам или градуировочным графикам находят действительное содержание этилового спирта в продукте.

Таблицы и графические зависимости между концентрацией спирта и физическими константами составлены для чистых водно-спиртовых растворов. Присутствие же экстрактивных веществ в исследуемых продуктах искажает действительное содержание спирта в них, так как они по своим физическим свойствам резко отличаются от этилового спирта. Например, их плотность всегда больше единицы, а этилового спирта – меньше, поэтому экстрактивные вещества всегда занижают действительное содержание спирта в исследуемых продуктах. В связи с этим продукты, в состав которых входят экстрактивные вещества, перед определением спирта вначале подвергают перегонке.

Химические методы

Химические методы основаны на окислении этилового спирта в уксусную кислоту. В качестве окислителя применяют дихромат калия. По расходу окислителя устанавливают количество спирта в анализируемом растворе. Метод окисления – один из наиболее точных методов определения этилового спирта в низкоконцентрированных спиртосодержащих продуктах бродильной промышленности. С увеличением количества примесей (альдегидов, эфиров, кислот, высших спиртов) точность метода снижается.

Дихроматно-йодометрический метод

Дихроматно-йодометрический метод определения спирта основан на окислении спирта дихроматом калия до уксусной кислоты. Избыток дихромата калия определяется йодометрически. Выделившийся свободный йод титруют тиосульфатом натрия. При этом йод окисляет $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до тетрагидрата натрия.

В ходе этой реакции присущая йоду темно-бурая окраска исчезает постепенно, поэтому для установления конца реакции применяется чувствительный реактив на свободный йод – раствор крахмала, который с йодом образует соединение интенсивно синего цвета.

Титрование заканчивают, когда ярко-синяя окраска раствора перейдет в голубовато-зеленую.

По количеству израсходованного тиосульфата натрия устанавливают расход дихромата калия, пошедшего на окисление спирта. Зная эквивалент раствора дихромата калия по спирту, определяют содержание этилового спирта в исследуемом растворе.

1 Определение содержания этилового спирта в спиртосодержащих продуктах стеклянным спиртомером

В ректифицированном спирте определяют при 20°C непосредственно истинное содержание этилового спирта (в % об.). В водках же определяют видимое содержание этанола, а если их предварительно перегоняют и доводят дистиллированной водой до первоначального объема, находят истинное содержание спирта. Крепость ликероводочных напитков, спиртованных соков, морсов, настоев и бражки определяют после перегонки.

Содержание спирта в водно-спиртовом растворе определяют в чистых стеклянных цилиндрах, обеспечивающих свободное погружение спиртомера и термометра. Перед определением цилиндр трижды ополаскивают примерно 50 см³ испытуемого раствора. Чистый и сухой спиртомер перед погружением в раствор обтирают мягким (лучше льняным) полотенцем. После этого в цилиндр наливают испытуемый раствор и погружают в него термометр.

Замерив температуру раствора, осторожно опускают в цилиндр стеклянный спиртомер.

Спиртомер берут за его верхний утонченный конец и осторожно опускают в жидкость с таким расчетом, чтобы измерительная часть не оказалась смоченной более чем на 2 - 3 мм над верхней частью мениска. Первый замер является ориентировочным, последующие 2 - 3 замера используют для расчетов. При повторных замерах измерительная часть прибора обязательно осушается полотенцем. Выдержав спиртомер и термометр 3 - 4 мин в жидкости, производят отсчеты по шкале спиртомера и термометра. Вынув спиртомер из раствора, проверяют точность определения температуры. Для этого осторожно перемешивают жидкость термометром, устанавливают термометр по осевой линии цилиндра и снимают отсчет. Если температура изменилась более чем на $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, определение крепости спирта повторяют. Метод точен, легко выполним и дает хорошую воспроизводимость результатов анализа.

Зная показания спиртомера и термометра, по специальным таблицам находят крепость раствора.

При отсчете показаний спиртомера и термометра придерживаются следующих правил: для точного отсчета показаний шкалы спиртомера глаза наблюдателя должны находиться ниже уровня жидкости, чтобы было видно основание мениска в форме эллипса. Затем, поднимая голову, замечают, как эллипс, суживаясь, обращается в прямую линию, ясно проектирующуюся на шкале прибора. В этот момент производят отсчет.

Пример. Определить объемное содержание спирта в водно-спиртовом растворе, если при температуре 18°C показание стеклянного спиртомера равно 94,4.

По таблице находят, что показанию спиртомера 94,5 при 18°C соответствует содержание спирта 94,93 % об., а показанию спиртомера 94,0 при той же температуре - содержание спирта 94,44 % об. Искомое содержание спирта x (в % об.) находят из пропорции:

$$\begin{array}{rcl} 94,93 - X & & 94,5 - 94,4 \\ 94,93 - 94,44 & & 94,5 - 94,0, \text{ откуда } X = 94,83 \end{array}$$

2 Определение содержания этилового спирта с помощью рефрактометра

Показатель преломления водно-спиртового раствора зависит от содержания этилового спирта. Эта зависимость носит экстремальный характер: вначале с увеличением концентрации спирта показатель преломления растет. Достигнув максимума в точке x ($n = 1,36489$ при

концентрации спирта 80 % мас.), показатель преломления в дальнейшем с увеличением концентрации растворов постепенно падает.

Кроме графиков, имеются таблицы, в которых показатель преломления выражен как функция концентрации водно-спиртовых растворов.

Водно-спиртовые растворы, содержащие до 52 % мас. спирта, рефрактометрируются непосредственно, а более концентрированные растворы, у которых одному и тому же показателю преломления отвечают две концентрации спирта, разбавляются вдвое по массе дистиллированной водой. Определив показатель преломления, находят крепость разбавленного раствора по графику или таблице и полученную величину удваивают. Растворы объемным методом не разбавляют, так как полученный результат резко искажается за счет сжатия раствора.

Работая с водно-спиртовыми растворами, соблюдают температуру растворов и призм рефрактометра ($20 \pm 0,1$)°C, так как показатель преломления спирта резко изменяется в зависимости от температуры. Этиловый спирт очень летуч, поэтому все работы с ним проводят быстро, очень осторожно и без потерь. Допустимая погрешность при параллельных анализах – 0,1 деления условной шкалы рефрактометра.

Контрольные вопросы

1. Назовите методы определения методов определения этилового спирта в спиртовых растворах.
2. Объясните суть физико-химических методов.
3. Объясните суть химических методов.
4. Объясните назначение таблиц для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах.
5. Изложите технику определения этилового спирта с помощью стеклянного ареометра.
6. Изложите технику определения этилового спирта рефрактометрически.
7. Поясните, в каких случаях применяют рефрактометрический метод.

Порядок выполнения лабораторной работы

При выполнении лабораторной работы проводятся следующие опыты:

1. Определение содержания этилового спирта в спиртосодержащих продуктах стеклянным спиртомером.
2. Определение содержания этилового спирта с помощью рефрактометра.

Требования к отчету по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе выполняется в лабораторной тетради и должен содержать:

- Номер лабораторной работы;
- Тему лабораторной работы;
- Цель лабораторной работы;
- Технику проведения вышеперечисленных опытов;
- Заключение по результатам каждого опыта.

Общие правила поведения и работы в химической лаборатории

1. Рабочее место содержать в чистоте и порядке. Нельзя класть на него посторонние предметы.
2. Перед выполнением каждого опыта ознакомиться с его описанием.
3. Для опыта брать всегда столько реактива, сколько указано в описании или преподавателем.
4. Если вы пролили (рассыпали) реактив или он попал на одежду, лицо, руки, немедленно сообщите об этом преподавателю или лаборанту.
5. Использованные фильтры, реактивы и т.п. собирать в специально отведенную емкость.
6. Категорически запрещается пробовать любые реактивы на вкус.
7. В химическом кабинете нельзя принимать пищу.
8. Запрещается использовать химическую посуду для питья воды.