МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31496— 2012

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ

Спектрально-люминесцентный метод идентификации

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии» Россельхозакадемии (ГНУ «ВНИИПБТ» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 24 мая 2012 г. № 41)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 октября 2012 г. № 472-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31496—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе ГОСТ Р 52945—2008[1)]

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 октября 2012 г. № 472-ст ГОСТ Р 52945—2008 отменен с 1 июля 2013 г.

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ

Спектрально-люминесцентный метод идентификации

Rectified ethanol. Spectral-luminescent method of identification

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на спирт этиловый ректификованный из пищевого или непищевого сырья и устанавливает спектрально-люминесцентный метод определения наличия или отсутствия люминесцирующих микропримесей, характерных для спирта из пищевого сырья, с целью идентификации спирта.

Уровень значимости, характеризующий достоверность идентификации спиртов, не более 0,05 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 5964[1)] Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 6709[2)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300[3)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ ИСО 5725-1[4)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6[5)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru азателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51710—2001.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

[4)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[5)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **идентификация этилового ректификованного спирта:** Определение принадлежности к спирту из пищевого или непищевого сырья по наличию или отсутствию люминесцирующих микропримесей, характерных для спирта из пищевого сырья.

3.2 **люминесцирующие микропримеси:** Следовые количества ароматических аминокислот (триптофана, тирозина, фенилаланина), содержащиеся в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья массовой концентрации $C \leq 10^{-6}$ г/дм^3, или ароматические или гетероциклические углеводороды и их производные, содержащиеся в этиловом ректификованном спирте из непищевого сырья, обладающие способностью люминесцировать (испускать излучение оптического диапазона) при фотовозбуждении.

3.3 **селективный спектр возбуждения люминесценции:** Зависимость интенсивности люминесценции образца спирта от длины волны (частоты) возбуждающего излучения при условии регистрации излучения на фиксированной длине волны (частоте) в узком спектральном диапазоне $\left(\frac{\Delta\lambda_{рег}}{\lambda_{рег}} \ll 1\right)$ и возбуждения излучением с узкой спектральной полосой $\frac{\Delta\lambda_{возб}}{\lambda_{возб}} \ll 1$.

4 Отбор проб

Отбор проб для анализа этилового ректификованного спирта по ГОСТ 5964, ГОСТ 18300.

5 Метод измерения

5.1 Сущность метода

Метод основан на получении зависимости интенсивности люминесценции образца идентифицируемого этилового ректификованного спирта, регистрируемой на фиксированной длине волны $\lambda = \lambda_{рег} \pm \Delta\lambda$ ($\Delta\lambda \leq 10$ нм), от длины волны возбуждающего излучения.

Процедура идентификации этилового ректификованного спирта заключается в сопоставлении селективного спектра возбуждения люминесценции, полученного для идентифицируемого образца этилового ректификованного спирта, с известным селективным спектром возбуждения люминесценции, характерным для образца этилового ректификованного спирта «Люкс».

Сходство (или различие) селективных спектров возбуждения люминесценции свидетельствует о сходстве (или различии) присутствующих люминесцирующих микропримесей, следовательно, о происхождении исходного сырья.

О принадлежности образца этилового ректификованного спирта к спирту из пищевого или непищевого сырья судят на основании соответствия (или несоответствия) селективного спектра возбуждения люминесценции идентифицируемого образца спирта селективному спектру возбуждения люминесценции, характерному для образца этилового ректификованного спирта «Люкс».

Интенсивность селективного спектра возбуждения выражается в условных единицах $K_i(\lambda)$, которую получают как отношение измеренной интенсивности в спектре возбуждения люминесценции i-го образца $I_i(\lambda)$ к величине интенсивности в его максимуме $I_{i\max}(\lambda)$:

$$K_i(\lambda) = \frac{I_i(\lambda)}{I_{i\max}(\lambda)}.$$

Индексом соответствия селективного спектра возбуждения люминесценции идентифицируемого образца этилового ректификованного спирта селективному спектру возбуждения, характерному для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, i, является сумма относительных отклонений

четырех параметров, характеризующих форму нормированного селективного спектра возбуждения люминесценции $i = P_1 + P_2 + P_3 + P_4$:

$$P_1 = \left| \frac{\int_{260}^{300} K_i(\lambda)d\lambda - \int_{260}^{300} K_0(\lambda)d\lambda}{\int_{260}^{300} K_0(\lambda)d\lambda} \right|$$ — модуль относительного отклонения величины интеграла идентифицируемого спектра $[K_i(\lambda)]$ от величины интеграла спектра, характерного для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья $[K_0(\lambda)]$ в диапазоне от 260 до 300 нм $\left(K_0(\lambda) = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{200} I_i(\lambda) \right)$ — отнесенный к максимальной интенсивности селективный спектр возбуждения, характерный для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья;

$$P_2 = \left| \frac{K_i(230\ \text{нм}) - K_0(230\ \text{нм})}{K_0(230\ \text{нм})} \right|$$ — модуль относительного отклонения интенсивности идентифицируемого спектра от максимальной интенсивности в селективном спектре возбуждения, характерном для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья ($K_0 = 1$; $\lambda = 230$ нм);

$$P_3 = \left| \frac{K_i(280\ \text{нм}) - K_0(280\ \text{нм})}{K_0(280\ \text{нм})} \right|$$ — модуль относительного отклонения интенсивности идентифицируемого спектра от максимальной интенсивности в селективном спектре возбуждения, характерном для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья ($K_0 = 0{,}39$; $\lambda = 280$ нм);

$$P_4 = \left| \frac{\int_{220}^{242} K_i(\lambda)d\lambda - \int_{220}^{242} K_0(\lambda)d\lambda}{\int_{220}^{242} K_0(\lambda)d\lambda} \right|$$ — модуль относительного отклонения величины интеграла идентифицируемого спектра от величины интеграла спектра, характерного для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья в диапазоне от 220 до 242 нм.

Критерием идентичности образца этилового ректификованного спирта образцу спирта, приготовленному из пищевого сырья, служит попадание величины индекса соответствия i в интервал значений $0 < i \le 1$, а критерием идентичности этиловому ректификованному спирту, полученному из непищевого сырья, — $i > 1$.

5.2 Средства измерений, оборудование, материалы

5.2.1 Спектрофлуориметр с характеристиками:

- спектральный диапазон возбуждения люминесценции от 200 до 300 нм;
- допускаемая абсолютная погрешность отсчетного устройства установки длин волн не более 0,5 нм;
- допускаемое среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности отсчетного устройства установки длин волн не более 0,25 нм;
- отношение сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды при длине волны 340 нм при ширине щелей монохроматоров 10 нм не менее 500:1;
- автоматическая коррекция измеряемого спектра на функцию спектральной чувствительности спектрофотометра;
- наличие режима сохранения информации в виде файла данных в текстовом формате, допускающего обработку с помощью внешних программ.

5.2.2 Персональная электронно-вычислительная машина (компьютер) для обработки информации и проведения вычислений.

5.2.3 Стандартная оптическая кювета (10 × 10 мм) из кварцевого стекла марки КУ-1 для измерения интенсивности люминесценции жидких образцов.

5.2.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

5.2.5 Хлопчатобумажная ткань любого типа.

5.3 Условия проведения измерений

При измерениях соблюдают следующие условия:
- температура окружающей среды, °С ..... от 10 до 35;
- относительная влажность воздуха, % ..... 65 ± 15;
- напряжение питающей сети, В ..... 220 ± 22;
- частота, Гц ..... 50.

5.4 Подготовка к проведению измерений

5.4.1 Подготовку спектрофлуориметра к проведению измерений осуществляют по инструкции, приложенной к прибору.

5.4.2 Анализируемый этиловый ректификованный спирт объемом 3—5 $см^3$ помещают в прилагаемую к спектрофлуориметру чисто вымытую кварцевую кювету, предварительно дважды ополоснутую этим спиртом.

5.4.3 Перед установкой в кюветное отделение спектрофлуориметра наружную поверхность кюветы тщательно протирают чистой хлопчатобумажной тканью.

5.5 Проведение измерений

5.5.1 Кювету с анализируемым образцом спирта устанавливают в кюветное отделение.

5.5.2 Запускают следующий режим измерения:

- спектральная ширина щели монохроматоров возбуждения и испускания — не более 10 нм;
- измерение интенсивности люминесценции при регистрации на длине волны 340 нм при последовательном возбуждении от 200 до 300 нм (шаг сканирования — 1 нм, время накопления сигнала — 2 с).

5.5.3 После проведения измерения данные сохраняют в текстовом формате в виде табличного файла с расширением dat.

5.5.4 Обработку результатов проводят по методике, приведенной в 5.1.

Образец этилового ректификованного спирта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1.

6 Характеристики погрешности измерения и достоверности идентификации

6.1 Относительная погрешность измерения интенсивности излучения при возбуждении на длине волны, соответствующей максимуму селективного спектра возбуждения люминесценции, — не более 5 %.

6.2 Относительная погрешность измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения при сканировании в диапазоне от 200 до 300 нм — не более 15 %.

6.3 Основные метрологические характеристики метода приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений нормированной интенсивности излучения в спектрах возбуждения люминесценции $K_i(\lambda)$, усл. ед.	Относительное среднеквадратическое отклонение измерений нормированной интенсивности излучения на длине волны, соответствующей максимуму селективного спектра возбуждения люминесценции, δ_r, %	Предел повторяемости r, %, при $n = 2$, $P = 0,95$	Относительное среднеквадратическое отклонение индекса соответствия* δ_p, %	Уровень значимости, характеризующий достоверность идентификации спиртов, не более, α, %
0—1,00	5	14	10	0,05
* Установлено для ГОСТ 7390—97 состава спирта этилового ректификованного «Экстра».				

7 Контроль точности результатов измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта

7.1 Контроль относительной погрешности результатов измерения интенсивности излучения при возбуждении на длине волны, соответствующей максимуму селективного спектра возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, проводят не реже одного раза в

месяц. Контроль проводят путем измерения интенсивности люминесценции образца этилового ректификованного спирта «Люкс» при возбуждении светом с длиной волны 230 нм и регистрации интенсивности люминесценции в интервале длин волн 338 + 342 нм с шагом 1 нм.

Время накопления сигнала — 2 с, одно измерение — 10 с. Не изменяя длины волны возбуждения, повторяют измерение интенсивности люминесценции образца 26 раз. Относительную погрешность измерения интенсивности излучения вычисляют по формуле

$$\delta = \frac{1}{\left\langle I(\lambda_0)\right\rangle}\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{N}\left[I_j(\lambda_0)-\left\langle I(\lambda_0)\right\rangle\right]^2}{(N-1)}}, \quad (1)$$

где $\left\langle I_n(\lambda_0)\right\rangle = \frac{\sum_{j=1}^{N} I_j(\lambda_0)}{N}$, $N = 26$, $\lambda_0 = 340$ нм.

Результат контроля признается удовлетворительным, если выполняется условие $\delta \le 5$ %.

7.2 Контроль относительной погрешности результатов измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта из пищевого сырья при сканировании в диапазоне от 200 до 300 нм проводят не реже одного раза в месяц. Контроль проводят путем измерения интенсивности селективного спектра возбуждения люминесценции образца этилового ректификованного спирта сорта «Люкс» при регистрации интенсивности люминесценции на длине волны 340 нм с шагом 1 нм. Время накопления сигнала — 2 с, одно измерение — 210 с. Процесс измерения повторяют 5 раз. Относительную погрешность измерения интенсивности излучения вычисляют по формуле

$$\delta = \frac{1}{\left\langle I(\lambda)\right\rangle}\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{26}\left[I_j(\lambda)-\left\langle I(\lambda)\right\rangle\right]^2}{N-1}}, \quad (2)$$

где $\left\langle I(\lambda)\right\rangle = \frac{\sum_{j=1}^{26} I_j(\lambda)}{N}$, $N = 5$.

Результат контроля признается удовлетворительным, если выполняется условие $\delta \le 15$ %.

8 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения повторяемости значения индекса соответствия *i* по ГОСТ ИСО 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта. Данными для контрольной карты являются значения индекса соответствия *i* параллельных определений для 20—30 испытанных образцов этилового ректификованного спирта. Первую серию измерений (20—30 пар параллельных определений) используют для расчета величины стандартного отклонения повторяемости G_r (т. е. $S_r = G_r$).

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

9 Требования безопасности

При проведении измерений на спектрофлуориметре следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и требования инструкций по эксплуатации приборов;
- требования пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;

- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие квалификацию не ниже техника, изучившие инструкцию по эксплуатации спектрофлуориметра, требования безопасности, прошедшие обучение и освоившие метод выполнения измерений.

УДК 663.5.543.06:006.354
661.722:543.06:006.354

МКС 67.160.10
71.080.60

Ключевые слова: этиловый спирт, определения, идентификация спиртов, люминесцирующие примеси, селективный спектр возбуждения люминесценции, отбор проб, метод измерения, интенсивность излучения, индекс соответствия, погрешность, достоверность

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 22.10.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru