МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
14138—
2014**

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации высших спиртов

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 пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИПБиВП» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-П)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

(Поправка)

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 ноября 2014 г. № 1595-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 14138—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14138—76

6 ИЗДАНИЕ (октябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 7—2016)

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»

© 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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 2
4 Условия проведения определений . . . 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы . . . 2
6 Отбор проб . . . 3
7 Подготовка к выполнению определений . . . 3
8 Выполнение определений . . . 5
9 Обработка и оформление результатов определений . . . 5
10 Требования безопасности, охраны окружающей среды . . . 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации высших спиртов

Alcoholic beverages and raw materials for its production. Spectrophotometric method for determination of mass concentration of higher alcohols

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на коньячные, винные, виноградные, кальвадосные, фруктовые (плодовые) дистилляты, винные, виноградные, фруктовые (плодовые) спирты, коньяки, кальвадосы, виноградные, фруктовые (плодовые) водки и другие спиртные напитки из виноградного и фруктового (плодового) сырья с объемной долей этилового спирта не менее 35 % (далее — продукт) и устанавливает спектрофотометрический метод определения высших спиртов с пара-диметиламинобензальдегидом в диапазоне от до 30 до 850 мг/100 см^3 безводного спирта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31730 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 32095 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Метод определения объемной доли этилового спирта

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения[1)]

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[2)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. 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 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенных соединений продуктов дегидратации высших спиртов с пара-диметиламинобензальдегидом и последующем спектрофотометрическом измерении оптической плотности полученных растворов при длине волны 490 нм, которая пропорциональна массовой концентрации высших спиртов.

4 Условия проведения определений

При выполнении определений массовой концентрации высших спиртов соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа — 84,0—106,3;
- относительная влажность воздуха, % — 30—80;
- напряжение переменного тока, В — 220^{+22}_{-33};
- частота переменного тока, Гц — (50 ± 1).

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

Спектрофотометр с шириной спектральной полосы не более 10 нм для измерений при длине волны 490 нм, пределы допускаемых значений абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания ± 1 %.

Кюветы из оптического стекла или полимерных материалов с толщиной поглощающего свет слоя 3 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с наибольшим пределом взвешивания 210 г, ценой деления 0,0001 г, погрешностью измерения не более 0,001 г.

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Колбы мерные 2—50—2, 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—250—2, 3—250—2, 1—500—2, 3—500—2 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Секундомер по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы В-1—250 ТС, В-1—500 ТС, Н-2—250 ТС, Н-2—500 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка лабораторная В-56—80 ХС, В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Парадиметиламинобензальдегид, препарат массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды по метрологическим и техническим характеристикам и реактивов, по качеству не уступающих вышеуказанным и обеспечивающих необходимую точность определения.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 31730.

7 Подготовка к выполнению определений

7.1 Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра к измерениям проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Подготовка посуды и кювет

7.2.1 Лабораторную посуду моют хромовой смесью, промывают водопроводной водой, затем тщательно ополаскивают дистиллированной водой, далее ополаскивают этиловым ректификованным спиртом. Высушивают под слоем фильтровальной бумаги.

7.2.2 Кюветы, используемые для определений, предварительно моют 10%-ным раствором соляной кислоты, приготовленным по ГОСТ 4517, затем трижды промывают дистиллированной водой и один раз этиловым ректификованным спиртом.

Предупреждение — Не допускается механическая чистка кювет с помощью абразивных средств, а также применение растворов щелочей, концентрированных кислот!

Кюветы высушивают на фильтровальной бумаге под стеклянным стаканом при комнатной температуре.

7.3 Приготовление растворов

7.3.1 Приготовление раствора этилового спирта с объемной долей 40 %

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят мерным цилиндром расчетное количество этилового ректификованного спирта V, $см^3$, вычисленное по формуле (1), и доводят до метки дистиллированной водой.

$$V = \frac{1000 \cdot 40}{C}, \quad (1)$$

где 1000 — объем приготовленного раствора, $см^3$;

40 — объемная доля этилового спирта в приготовленном растворе, %;

C — объемная доля этилового спирта в этиловом ректификованном спирте, %.

Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.2 Приготовление раствора пара-диметиламинобензальдегида

Взвешивают 1,00 г пара-диметиламинобензальдегида в стеклянном стаканчике для взвешивания, растворяют в небольшом количестве серной кислоты, затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки серной кислотой.

Срок хранения раствора в темном месте — не более 6 мес.

7.3.3 Приготовление основного раствора изоамилового спирта концентрацией 5 г/дм^3 (раствор № 1)

Взвешивают 1,250 г изоамилового спирта в стаканчике для взвешивания, градуированной пипеткой вносят 5—8 см^3 раствора этилового спирта с объемной долей 40 %, приготовленного по 7.3.1, перемешивают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

7.3.4 Приготовление растворов сравнения изоамилового спирта

В мерную колбу № 1 вместимостью 50 см^3 вносят 1,0 см^3 основного раствора изоамилового спирта (раствор № 1), приготовленного по 7.3.3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают. Массовая концентрация изоамилового спирта в полученном растворе — 25,0 мг/100 см^3 безводного спирта.

В мерную колбу № 2 вместимостью 50 см^3 вносят 1,5 см^3 основного раствора изоамилового спирта, приготовленного по 7.3.3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают.

Массовая концентрация изоамилового спирта в полученном растворе — 37,5 мг/100 см^3 безводного спирта.

В мерную колбу № 3 вместимостью 50 см^3 вносят 2,0 см^3 основного раствора изоамилового спирта, приготовленного по 7.3.3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают.

Массовая концентрация изоамилового спирта в полученном растворе — 50,0 мг/100 см^3 безводного спирта.

В мерную колбу № 4 вместимостью 50 см^3 вносят 2,5 см^3 основного раствора изоамилового спирта, приготовленного по 7.3.3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают.

Массовая концентрация изоамилового спирта в полученном растворе — 62,5 мг/100 см^3 безводного спирта.

В мерную колбу № 5 вместимостью 50 см^3 вносят 3,0 см^3 основного раствора изоамилового спирта, приготовленного по 7.3.3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают. Массовая концентрация изоамилового спирта в полученном растворе — 75,0 мг/100 см^3 безводного спирта.

В мерную колбу № 6 вместимостью 50 см^3 вносят 3,5 см^3 основного раствора изоамилового спирта, приготовленного по 7.3.3, доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %, перемешивают. Массовая концентрация изоамилового спирта в полученном растворе — 87,5 мг/100 см^3 безводного спирта.

7.3.5 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят по 0,5 см^3 одного из растворов сравнения, приготовленных по 7.3.4. Затем колбы помещают в баню со льдом и, не вынимая из бани, в каждую колбу вносят, постоянно перемешивая, пипеткой по 10 см^3 раствора пара-диметиламинобензальдегида, приготовленного по 7.3.2. Затем колбы помещают на кипящую водяную баню и через 2—3 мин закрывают пробками. В кипящей водяной бане колбы выдерживают 30 мин, после чего их переносят в баню со льдом на 5 мин. Одновременно аналогично готовят «холостую» пробу, в которую вместо 0,5 см^3 раствора сравнения вносят 0,5 см^3 раствора этилового спирта, приготовленного по 7.3.1.

Оптическую плотность полученных окрашенных растворов измеряют по отношению к «холостой» пробе при длине волны (490 ± 10) нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 3 мм.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс концентрацию высших спиртов (мг/100 см^3 безводного спирта) в растворах сравнения, по оси ординат — соответствующую ей величину оптической плотности.

7.4 Подготовка лабораторной пробы

7.4.1 Перед проведением определения окрашенные пробы продукта предварительно подвергают дистилляции. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см^3 наливают до метки окрашенную пробу продукта при температуре 20 °С, затем количественно переносят в перегонную колбу, используемую для получения дистиллята при определении объемной доли этилового спирта по ГОСТ 32095, и перегоняют в ту же мерную колбу вместимостью 50 см^3, помещенную в водяную баню с температурой воды не более 6 °С. Перегонку прекращают при заполнении приемной колбы не менее чем на 90 %. Затем колбу закрывают, выдерживают при температуре 20 °С не менее 20 мин и доводят до метки дистиллированной водой (температура дистиллированной воды — 20 °С).

Массовую концентрацию высших спиртов в бесцветной прозрачной пробе продукта определяют без перегонки.

7.4.2 Пробу продукта с объемной долей этилового спирта более 40 % или пробу продукта, подготовленную по 7.4.1, с объемной долей этилового спирта более 40 % разбавляют перед проведением определения дистиллированной водой до достижения концентрации этилового спирта 40 % об.

7.4.3 В пробу продукта с объемной долей этилового спирта менее 40 % или пробу продукта, подготовленную по 7.4.1, с объемной долей этилового спирта менее 40 % перед проведением определения вносят этиловый ректификованный спирт до достижения концентрации этилового спирта 40 % об.

8 Выполнение определений

10 см^3 лабораторной пробы, подготовленной по 7.4, отмеривают пипеткой и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, затем содержимое колбы доводят до метки раствором этилового спирта с объемной долей 40 %.

Примечание — При массовой концентрации высших спиртов в продукте более 400 мг/100 см^3 безводного спирта для определения берут 5 см^3 лабораторной пробы, подготовленной по 7.4.

Из полученного раствора пипеткой отмеряют 0,5 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и проводят дальнейшее определение в соответствии с 7.3.5. Измеряют оптическую плотность полученного раствора по сравнению с холостой пробой, приготовленной по 7.3.5.

9 Обработка и оформление результатов определений

9.1 Массовую концентрацию высших спиртов C, мг/100 см^3 безводного спирта, вычисляют по формуле

$$C = K \cdot A, \tag{2}$$

где K — кратность разбавления пробы продукта;

A — массовая концентрация высших спиртов, найденная по градуировочному графику, мг/100 см^3 безводного спирта.

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

9.2 За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до целого числа, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \tag{3}$$

где C_1, C_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации высших спиртов, мг/100 см^3 безводного спирта;

100 — коэффициент для перехода от абсолютных значений к процентам;

r — значение предела повторяемости при доверительной вероятности P = 0,95, равное 3 %.

При невыполнении условия (3) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата определений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

9.3 При получении результатов определений, выполненных в условиях воспроизводимости согласно ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.18), за результат определений принимают среднеарифметическое значение результатов определений, полученных в двух лабораториях $C_{1лаб}$ и $C_{2лаб}$ при выполнении условия

$$\frac{2 \cdot \left| C_{1лаб} - C_{2лаб} \right| \cdot 100}{\left(C_{1лаб} + C_{2лаб} \right)} \le R, \quad (4)$$

где $C_{1лаб}$, $C_{2лаб}$ — результаты определений массовой концентрации высших спиртов, полученные в первой и второй лабораториях в условиях воспроизводимости, мг/100 см^3 безводного спирта;

100 — коэффициент для перехода от абсолютных значений к процентам;

R — значение показателя воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95, равное 6 %.

При невыполнении условия (4) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.2.2, 5.3.2.2).

В случае, если массовая концентрация высших спиртов в продукте выходит за границы диапазона измерений, приводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация высших спиртов более 850 мг/100 см^3 безводного спирта (менее 30 мг/100 см^3 безводного спирта)».

10 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении определений массовой концентрации высших спиртов соблюдают следующие требования.

10.1 Требования электробезопасности при работе с приборами — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт, и в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

10.2 При работе с чистыми веществами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

10.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и должно быть оборудовано средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

10.4 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

10.5 К работе на спектрофотометре допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера, прошедших соответствующий курс обучения и изучивших инструкцию по эксплуатации используемого оборудования.

УДК 663.5.001.4:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: продукция алкогольная и сырье для ее производства, высшие спирты, массовая концентрация, спектрофотометрический метод, коньячные, винные, виноградные, кальвадосные, фруктовые (плодовые) дистилляты, винные, виноградные, фруктовые (плодовые) спирты, коньяки, кальвадосы, виноградные, фруктовые (плодовые) водки, спиртные напитки из виноградного и фруктового (плодового) сырья, пара-диметиламинобензальдегид, изоамиловый спирт

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *А.В. Софейчук*

Сдано в набор 22.10.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru