ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59632— 2021

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение 1,2-пропиленгликоля методом высокоэффективной газовой хроматографии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (ФГБНУ СКФНЦСВВ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 162 «Виноградарство и виноделие»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 августа 2021 г. № 750-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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 Отбор проб 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Проведение измерений 4
8 Обработка результатов измерений 5
9 Оформление результатов измерений 5
10 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости 6
11 Контроль точности результатов измерений при реализации метода в лаборатории 6
12 Требования безопасности 7
Приложение А (справочное) Хроматограмма градуировочного раствора 8
Приложение Б (обязательное) Методика приготовления аттестованных градуировочных смесей 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение 1,2-пропиленгликоля методом высокоэффективной газовой хроматографии

Wine production. Determination of 1,2-propylene glycol by method of high effective gas chromatography

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию с объемной долей этилового спирта не более 22,0 % и устанавливает метод измерения массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля высокоэффективной газовой хроматографией.

Диапазон измерений массовых концентраций — от 5 до 500 мг/дм^3 в зависимости от разбавления.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

Издание официальное

ГОСТ 26703 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29224 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

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 Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в хроматографическом разделении летучих органических примесей в образце продукта, в том числе 1,2-пропиленгликоля, на капиллярной колонке с неполярной неподвижной фазой с последующей регистрацией компонентов пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — 25—35 мин.

4 Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 31730.

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

5.1 Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с по ГОСТ 26703.

5.2 Колонка газохроматографическая капиллярная с нанесенной жидкой фазой полиэтиленгликолем, модифицированным нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, с жидкой фазой с толщиной нанесения 0,5 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке А.1 (приложение А).

5.3 Компьютер, имеющий программное обеспечение.

5.4 Устройство сбора и накопления данных, используемое для количественной оценки результатов анализов, которое должно соответствовать приведенным ниже требованиям или превосходить следующие минимальные требования:

- емкость — не менее 250 пиков/анализ;
- расчет нормализованной площади пика по фактору отклика;
- идентификация индивидуальных компонентов по времени удерживания;
- способность устранения шума и всплеска (ложные пики),

- способность регистрировать быстрые (менее 1 с) пики;
- положительная и отрицательная корректировки наклонной базовой (нулевой) линии;
- изменения чувствительности регистрации узких и широких пиков;
- перпендикулярное понижение и тангенсное снятие верхнего слоя, при необходимости.

5.5 Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос Комовского.

5.6 Микрошприц вместимостью 5 или 10 мм^3 (мкл).

5.7 Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0001 г по ГОСТ Р 53228.

5.8 Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и с ценой деления 1 °С по ГОСТ 29224.

5.9 Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 10 см^3 по ГОСТ 29227.

5.10 Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169.

5.11 Колбы мерные 2—100—2 по ГОСТ 1770.

5.12 Стаканы химические Н-1—25 по ГОСТ 25336.

5.13 Склянка для хранения градуировочной смеси любого типа с пробкой, обеспечивающей герметичность.

5.14 Азот (газ-носитель) по ГОСТ 9293, ос. ч. Допускается использовать генераторы азота.

5.15 Водород технический марки А по ГОСТ 3022. Допускается использовать генераторы водорода.

5.16 Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

5.17 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

5.18 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

6.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

6.2 Кондиционирование капиллярной колонки

Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 0,048—0,072 дм^3/ч при температуре термостата колонок 180 °С в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при рабочей температуре термостата колонок.

6.3 Приготовление градуировочных смесей

Приготовление градуировочных смесей проводят в соответствии с приложением Б.

6.4 Градуировка хроматографа

6.4.1 Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

6.4.2 Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих начальному, среднему и конечному значениям диапазона измеряемых концентраций. Записывают хроматограммы для каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков 1,2-пропиленгликоля. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси представлена на рисунке А.1 (приложение А).

По результатам измерений всех градуировочных растворов в автоматическом режиме соответствующим программным обеспечением обрабатывают хроматограммы и строят градуировочный график зависимости 1,2-пропиленгликоля от площади пиков. Градуировку проводят не реже одного раза в квартал, а также при замене основных узлов хроматографа (колонки, инжектора, детектора и др.) и при поступлении новой партии 1,2-пропиленгликоля. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

Контроль стабильности градуировочной характеристики заключается в измерении параметров этой характеристики через установленные промежутки времени, сопоставлении их с первоначальными параметрами и оценке на этой основе возможности продолжения текущих измерений.

Средствами контроля являются рабочие градуировочные смеси, приготовленные в соответствии с приложением Б.

Используя градуировочную характеристику, по измеренным значениям площадей пиков на хроматограммах определяют массовую концентрацию 1,2-пропиленгликоля в каждом контрольном растворе и проверяют выполнение условия

$$\frac{|C_{изм} - C_к|}{C_к} 100 \le K, \quad (1)$$

где $C_{изм}$ — измеренное значение массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля в конкретном контрольном растворе, мг/дм^3;

$C_к$ — приписанное (аттестованное) значение массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля в использованном конкретном (градуировочном) контрольном растворе, мг/дм^3;

K — норматив стабильности градуировочного коэффициента, $K = 0{,}13\ C_к$, мг/дм^3.

Если условие (1) выполняется, то используют ранее установленную градуировочную характеристику. Если условие (1) не выполняется только для одного контрольного (градуировочного) раствора, то заново готовят этот контрольный (градуировочный) раствор и проводят повторные измерения, при этом если при повторных измерениях условие (1) также не выполняется, то градуировку прибора проводят заново. Градуировку также проводят после ремонта прибора, замены реактивов.

7 Проведение измерений

7.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура детектора — 180 °С;

температура испарителя (инжектора) — 150 °С;

температура термостата: 70 °С (7 мин, скорость 10°/мин);
100 °С (5 мин, скорость 10°/мин);

коэффициент деления потока — 32:1;

расход воздуха — 12 дм^3/ч;

расход водорода — 1,2 дм^3/ч;

расход газа-носителя (азота) — 1,9 дм^3/ч;

объем пробы — 1 мм^3.

Допускается проведение измерений в других условиях хроматографирования, обеспечивающих последовательность выхода веществ и разделение, аналогичные приведенным на рисунке А.1 (приложение А).

7.2 Перед проведением измерения массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля в исследуемой пробе проводят «холостой» анализ (без ввода исследуемой пробы) в условиях, указанных в 7.1. При наличии пиков проводят кондиционирование колонки по 6.2.

7.3 Перед анализом пробу разбавляют водой в 5 или в 10 раз в зависимости от интенсивности цвета винодельческой продукции.

Разбавленную пробу рекомендуется отфильтровать через мембранный фильтр с диаметром пор не более 0,45 мкм.

Для винодельческой продукции, насыщенной диоксидом углерода (двуокисью углерода), из нее удаляют углекислоту путем продувания воздуха в течение 3—5 мин с использованием водоструйного насоса или насоса Комовского или путем создания вакуума в течение 1—2 мин до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности продукта.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10 или 5 мм^3 вводят 1 мм^3 исследуемой пробы и выполняют хроматографическое разделение смеси в условиях, указанных в 7.1. Регистрируют пик 1,2-пропиленгликоля в области времени удерживания, соответствующего 1,2-пропиленгликолю в градуировочной смеси.

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

8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящего в комплект хроматографа персонального компьютера в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Массовую концентрацию 1,2-пропиленгликоля X, мг/дм^3, в исследуемой пробе вычисляют по формуле

$$X = k \cdot C, \quad (2)$$

где k — коэффициент разбавления пробы;

C — массовая концентрация 1,2-пропиленгликоля, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3.

8.2 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение $X_{ср}$, (мг/дм^3), двух результатов единичных измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля, полученных в условиях повторяемости (параллельных определений), если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_1 - X_2}{X_{ср}} 100 \le r, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля в пробе, мг/дм^3;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля в пробе, мг/дм^3;

r — предел повторяемости (значение r приведено в таблице 1).

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$ ± δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости ($n = 2$, $P = 0,95$) r, %
От 5 до 100 включ.	29	10	15	28
Св. 100 до 1000 включ.	15	5	7,5	14

8.3 При невыполнении условия (3) могут быть использованы процедуры проверки приемлемости, приведенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, раздел 5.

9 Оформление результатов измерений

9.1 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

9.2 Результаты измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта) представляют в виде

$$X_{ср} \pm \Delta, \quad (4)$$

где $X_{ср}$ — результат измерений, полученный по 8.2, мг/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля ($P = 0,95$), мг/дм^3, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{ср}, \quad (5)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля по таблице 1 (при $P = 0,95$), %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности.

Допустимо представлять результат в виде

$$X_{ср} \pm \Delta_л, \ P = 0,95 \quad (6)$$

при условии $\Delta < \Delta_л$.

где $\Delta_л$ — значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание — Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения

$$\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta \quad (7)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

10 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличении (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы по разделу 4, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях по разделу 7, оценивают сравнением разности этих результатов со значением критической разности по формуле

$$\frac{\left|X_{max} - X_{min}\right|}{X_{ср}} \le CR_{0,95}, \quad (8)$$

где X_{max} — больший результат измерений (среднеарифметическое значение двух параллельных определений), мг/дм^3;

X_{min} — меньший результат измерений (среднеарифметическое значение двух параллельных определений), мг/дм^3;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений для двух лабораторий, мг/дм^3;

$CR_{0,95}$ — критическая разность (см. таблицу 2), %.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации 1,2-пропиленгликоля, мг/дм^3	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя среднеарифметическими значениями результатов измерений, полученных в двух лабораториях) при P = 0,95 $CR_{0,95}$, %
От 5 до 100 включ.	39
Св. 100 до 1000 включ.	20

При выполнении условия (8) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При невыполнении условия (8) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, раздел 5.

11 Контроль точности результатов измерений при реализации метода в лаборатории

Контроль точности результатов измерений при реализации метода в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, подраздел 5.2.

Проверку стабильности результатов измерений осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

12 Требования безопасности

12.1 К работе на газовом хроматографе допускаются лица, владеющие техникой газохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемого оборудования.

12.2 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

12.3 При проведении определений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

12.4 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

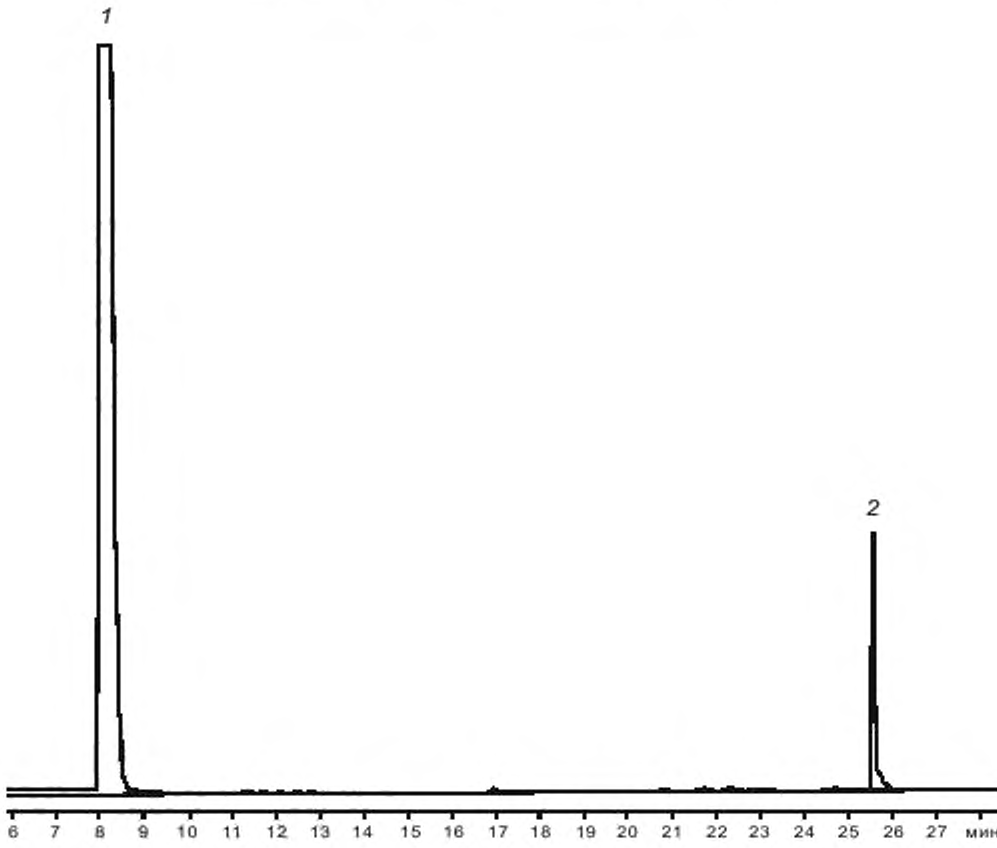
12.5 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

12.6 Помещение, в котором проводят измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.7 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

Приложение А
(справочное)

Хроматограмма градуировочного раствора



1 — этиловый спирт, *2* — 1,2-пропиленгликоль

Рисунок А.1 — Хроматограмма стандартного раствора 1,2-пропиленгликоля

Примечание — На хроматограммах винодельческой продукции возможно появление пиков неидентифицированных веществ, не мешающих проведению количественного анализа.

Приложение Б
(обязательное)

Методика приготовления аттестованных градуировочных смесей

Б.1 Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление аттестованных градуировочных смесей (АГС-1; АГС-10; АГС-100) для определения содержания 1,2-пропиленгликоля в соответствии с настоящим стандартом.

Б.2 Метрологические характеристики

Характеристики аттестованных градуировочных смесей (АГС-1; АГС-10; АГС-100) в этиловом ректификованном спирте приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Характеристика аттестованных градуировочных смесей

Наименование компонента смеси	АГС-1	АГС-10	АГС-100
	Аттестованное значение	Аттестованное значение	Аттестованное значение
1,2-пропиленгликоль в этиловом ректификованном спирте, мг/дм^3	1	10	100

Б.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Б.3.1 Средства измерений

Пипетка 10—2—1 по ГОСТ 29169.

Пипетка 1—1—1—0,5 по ГОСТ 29227.

Колба мерная 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0001 г.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2 с ценой деления 1 °С и пределами измерения 0 °С — 55 °С по ГОСТ 29224.

Б.3.2 Реактивы

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

1,2-Пропиленгликоль с массовой долей основного вещества не менее 98 %, например Propylene Glycol производства фирмы «Fluka» (номер по каталогу 12279)[1)].

Допускается применение средств измерений, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не ниже указанных.

Смеси готовят из 1,2-пропиленгликоля с массовой долей не менее 98 % на этиловом ректификованном спирте, используемом в качестве растворителя.

Б.4 Процедура приготовления

Б.4.1 Приготовление градуировочной смеси (АГС-100) массовой концентрацией 1,2-пропиленгликоля 100 мг/дм^3 в водном растворе этилового ректификованного спирта

В стакан вместимостью 100 см^3 отбирают навеску 0,1 г 1,2-пропиленгликоля с точностью 0,0001 г. В стакан добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой. Затем раствор переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см^3. В колбу наливают 20 см^3 этилового ректификованного спирта. Содержимое колбы перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

Б.4.2 Приготовление градуировочной смеси (АГС-10) массовой концентрацией 1,2-пропиленгликоля 10 мг/дм^3 в водном растворе этилового ректификованного спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 градуировочной смеси АГС-100 по Б.4.1.

Наливают в колбу 20 см^3 этилового ректификованного спирта. Содержимое колбы перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

Б.4.3 Приготовление градуировочной смеси (АГС-1) массовой концентрацией 1,2-пропиленгликоля 1 мг/дм^3 в водном растворе этилового ректификованного спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 1 см^3 вносят 1 см^3 градуировочной смеси АГС-100 по Б.4.1.

Наливают в колбу 20 см^3 этилового ректификованного спирта. Содержимое колбы перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

[1)] Данная информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что настоящий стандарт устанавливает обязательное применение реактива указанной фирмы.

Б.5 Требования безопасности

Работы по приготовлению аттестованных градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу с соблюдением мер предосторожности.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

Б.6 Требования к квалификации оператора

Аттестованные градуировочные смеси готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

Б.8 Требования к упаковке и маркировке

Аттестованную градуировочную смесь помещают в колбу с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетку с указанием концентрации 1,2-пропиленгликоля, даты и времени его приготовления.

Б.9 Условия хранения

Аттестованные градуировочные смеси, приготовленные по Б.4, хранят в герметично закрытой посуде при комнатной температуре не более двух месяцев.

УДК 663.24:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: винодельческая продукция, 1,2-пропиленгликоль, метод, высокоэффективная газовая хроматография, хроматограмма

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 24.08.2021. Подписано в печать 26.08.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л 1,86. Уч.-изд. л 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

ОКС 67.160.10

Поправка к ГОСТ Р 59632—2021 Продукция винодельческая. Определение 1,2-пропиленгликоля методом высокоэффективной газовой хроматографии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.7	Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0001 г по ГОСТ Р 53228	Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228
Пункт Б.4.1	В стакан вместимостью 100 $см^3$ отбирают навеску 0,1 г 1,2-пропиленгликоля с точностью 0,0001 г.	В стакан вместимостью 100 $см^3$ отбирают навеску 0,100 г 1,2-пропиленгликоля.

(ИУС № 5 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru