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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 35225— 2024

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ, ИЗГОТОВЛЕННАЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОСТОЧКОВЫХ ПЛОДОВ, ВКУСОАРОМАТИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Метод определения синильной (цианистоводородной) кислоты

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

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 Федеральным бюджетным учреждением «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в г. Москве и Московской области» (ФБУ «Ростест-Москва»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 91 «Пивобезалкогольная и винодельческая продукция»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 октября 2024 г. № 178-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2024 г. № 1878-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35225—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2025 г. с правом досрочного применения

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ, ИЗГОТОВЛЕННАЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОСТОЧКОВЫХ ПЛОДОВ, ВКУСОАРОМАТИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Метод определения синильной (цианистоводородной) кислоты

Alcoholic products made with the use of stone fruits, flavoring substances.
Method for the determination of prussic (hydrocyanic) acid

Дата введения — 2025—07—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию, изготовленную с использованием косточковых плодов, вкусоароматических веществ миндаля, абрикоса, вишни и других плодов и листьев растений рода *Prunus* и устанавливает метод определения массовой концентрации синильной (цианистоводородной) кислоты (свободной и связанной) спектрофотометрическим методом.

Диапазон измерений массовой концентрации синильной (цианистоводородной) кислоты составляет от 0,010 до 0,200 мг/дм^3. При содержании синильной кислоты свыше 0,200 мг/дм^3 пробу разбавляют таким образом, чтобы концентрация анализируемых компонентов была в пределах указанного диапазона.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия[1)]

ГОСТ 13647 Реактивы. Пиридин. Технические условия

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

[1)] Утратил силу в Российской Федерации. Действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетка с одной отметкой

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

ГОСТ 31730—2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 32036—2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 32080—2013 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[1)]

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

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 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 измерений основан на окислении общей цианистоводородной кислоты, полученной в результате проведения кислотного гидролиза производных синильной кислоты, хлорамином Т до хлорциана с последующим образованием окрашенного соединения при взаимодействии со смешанным реагентом (пиридин-1,3-диметилбарбитуровая кислота). Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют при длине волны 590 нм. Пробы продукции предварительно подвергают дистилляции, дальнейшее определение проводят в полученном дистилляте.

4 Требования безопасности

4.1 При выполнении испытаний следует соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

4.2 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Работа с химическими реактивами должна проводиться в вытяжном шкафу.

5 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа.

Частоту переменного тока и напряжение в сети поддерживают в соответствии с инструкцией по эксплуатации средств измерений и вспомогательного оборудования.

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

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

6.1 Средства измерений и стандартные образцы

6.1.1 Спектрофотометр (далее — прибор), позволяющий измерять оптическую плотность раствора при длине волны 590 нм при допускаемой абсолютной погрешности измерения спектрального коэффициента направленного пропускания не более ±2 % в оптических кюветах толщиной поглощающего слоя 1 см.

6.1.2 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с ценой деления 0,0001 г.

6.1.3 Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50, 100, 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.1.4 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29169.

6.1.5 Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

6.1.6 Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.1.7 Государственный стандартный образец состава водного раствора роданид-ионов с массовой концентрацией 1,00 $г/дм^3$ с допускаемой погрешностью аттестованного значения не более ±1 %.

Примечания

1 При отсутствии в государственном реестре утвержденного типа стандартного образца, допускается использовать аттестованный раствор с соответствующими метрологическими характеристиками.

2 Допускается использование других средств измерений, с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6.2 Вспомогательные устройства и материалы

6.2.1 Колбы плоскодонные типа П-1 вместимостью 50, 100, 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

6.2.2 Стаканы термостойкие типа В-1 вместимостью 50, 100, 200 $см^3$ по ГОСТ 25336.

6.2.3 Лабораторная установка перегонки спирта по ГОСТ 32080—2013 (пункт 5.3.1)

Примечание — Допускается использование вспомогательного оборудования с аналогичными техническими характеристиками и материалов по качеству не хуже указанных.

6.3 Другое оборудование и устройства, обеспечивающие реализацию процедур и условий стандарта

6.3.1 Сосуды из темного стекла или полимерного материала с завинчивающейся пробкой вместимостью не менее 500 $см^3$.

6.3.2 Устройство для нагревания колб с выходной мощностью не менее 600 Вт.

6.4 Реактивы

6.4.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.4.2 Спирт этиловый по ГОСТ 5962 сорта высшей очистки.

6.4.3 Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х.ч. или ч.д.а.

6.4.4 Хлорамин Т, содержание основного вещества не менее 98,0 %.

6.4.5 Пиридин по ГОСТ 13647, ч.д.а.

6.4.6 Кислота 1,3-диметилбарбитуровая, содержание основного вещества не менее 98,0 %.

6.4.7 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Примечание — Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

7 Отбор проб

Отбор проб алкогольной продукции производится в соответствии с ГОСТ 32080—2013 (раздел 4) и ГОСТ 31730—2012 (раздел 5).

8 Подготовка к проведению испытаний

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Приготовление раствора ортофосфорной кислоты с объемной долей 25 %

В мерный стакан вместимостью не менее 200 см^3 вносят 50 см^3 дистиллированной воды и медленно порциями при помешивании добавляют 29 см^3 концентрированной ортофосфорной кислоты. После охлаждения приготовленный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — 6 месяцев.

8.1.2 Приготовление раствора хлорамина Т с массовой долей 3 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают хлорамин Т массой 3,0 г (взвешивают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

8.1.3 Приготовление раствора смешанного реагента

Помещают 3,658 г 1,3-диметилбарбитуровой кислоты в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 15 см^3 пиридина, тщательно перемешивают. Добавляют 3 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой, вновь перемешивают.

Срок хранения раствора в темном месте в стеклянной посуде с плотно закрытой крышкой при комнатной температуре — не более 1 сут., в холодильнике при температуре от 2 ° до 6 °С — не более 7 сут.

8.1.4 Приготовление раствора этилового спирта с объемной долей 40 %

Раствор готовят по ГОСТ 32036—2013 (пункт 6.7.4а.1.1).

Срок хранения раствора — 6 месяцев.

8.1.5 Приготовление раствора роданид-ионов с массовой концентрацией 43,0 мг/дм^3, эквивалентной массовой концентрации цианистоводородной кислоты 20 мг/дм^3

Концентрацию цианистоводородной кислоты C_{HCN} в мг/дм^3, эквивалентную концентрации роданид-ионов, вычисляют по формуле

$$C_{HCN} = \frac{C_{CNS^-}}{2{,}15}, \quad (1)$$

где C_{CNS^-} — концентрация роданид-ионов в растворе, мг/дм^3;

2,15 — коэффициент пересчета концентрации роданид-ионов на концентрацию цианистоводородной кислоты.

Для приготовления раствора с массовой концентрацией роданид-ионов используют стандартный образец с массовой концентрацией роданид-ионов 1,00 мг/см^3, что соответствует 0,465 мг/дм^3 цианистоводородной кислоты.

Отбирают 4,3 см^3 раствора стандартного образца с помощью градуированной пипетки вместимостью 5 см^3 и переносят этот объем в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят объем в колбе до метки раствором этилового спирта, приготовленным в соответствии с 8.1.4, и перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла при комнатной температуре — не более 7 сут., в холодильнике при температуре от 2 °С до 6 °С — не более 2 недель.

8.1.6 Приготовление раствора роданид-ионов с массовой концентрацией 4,3 мг/дм^3, эквивалентной массовой концентрацией цианистоводородной кислоты 2 мг/дм^3

С помощью пипетки с одной отметкой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 раствора с массовой концентрацией роданид-ионов 43,0 мг/дм^3, приготовленного в соответствии с 8.1.5, вносят этот объем в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем в колбе до метки раствором этилового спирта, приготовленным в соответствии с 8.1.4, и перемешивают.

Раствор используют в день приготовления.

8.2 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят примерно по 50 см^3 раствора этилового спирта, приготовленного в соответствии с 8.1.4. С помощью градуированных пипеток вносят 0,5; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см^3 раствора с массовой концентрацией рода-

нид-ионов 4,3 мг/дм^3, приготовленного в соответствии с 8.1.6, доводят объемы растворов в колбах до метки раствором этилового спирта (по 8.1.4) и перемешивают. Содержание роданид-ионов и эквивалентной им массовой концентрации цианистоводородной кислоты в полученных градуировочных растворах соответствует значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Градуировочные растворы

Объем раствора с массовой концентрацией роданид-ионов 4,3 мг/дм^3, см^3	Массовая концентрация роданид-ионов в градуировочном растворе, мг/дм^3	Эквивалентная концентрация цианистоводородной кислоты в градуировочном растворе, мг/дм^3
0,5	0,022	0,01
2,5	0,108	0,05
5,0	0,215	0,10
7,5	0,323	0,15
10,0	0,430	0,20

8.3 Установление градуировочной характеристики

Подготовку прибора к проведению измерений проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

С помощью пипетки с одной меткой вместимостью 25 см^3 отбирают 25 см^3 каждого из градуировочных растворов, вносят их в конические колбы вместимостью 50 см^3. В каждую колбу добавляют 1 см^3 хлорамина Т, приготовленного в соответствии с 8.1.2, закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают в течение 60 секунд. После этого в каждую колбу добавляют 3 см^3 раствора смешанного реагента, приготовленного в соответствии с 8.1.3, перемешивают, закрывают пробкой, выдерживают 10 минут и приступают к измерениям.

Измеряют не менее трех раз оптическую плотность каждого из градуировочных растворов, при длине волны 590 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор, приготовленный с добавлением всех реагентов, используя вместо градуировочного раствора раствор этилового спирта по 8.1.4. Рассчитывают среднее арифметическое полученных значений для каждого раствора.

По полученным значениям устанавливают градуировочную характеристику в координатах оптическая плотность — массовая концентрация цианистоводородной кислоты (мг/дм^3).

Градуировку во всем диапазоне измеряемых концентраций проводят не реже 1 раза в 3 месяца, а также при замене реактивов, после проведения ремонта прибора, после длительного простоя прибора (2 недели и более).

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц. Образцами для контроля являются вновь приготовленные градуировочные растворы (не менее трех растворов). Массовую концентрацию синильной (цианистоводородной) кислоты в растворах для контроля определяют, используя ранее установленную градуировочную характеристику.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$\frac{|X_{изм} - X_K| \cdot 100}{X_K} \le K, \quad (2)$$

где $X_{изм}$ — измеренная массовая концентрация синильной (цианистоводородной) кислоты в контрольном растворе, мг/дм^3;

X_K — массовая концентрация синильной (цианистоводородной) кислоты в контрольном растворе, мг/дм^3;

К — норматив контроля, рассчитанный по формуле

$$K = 0{,}5 \cdot \delta, \quad (3)$$

где δ — показатель точности, % (таблица 2).

Если условие стабильности не выполняется для одного контрольного раствора, то проводят повторное измерение этого раствора с целью исключения грубой ошибки. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново.

9 Проведение испытаний

9.1 Подготовка пробы

Одновременно анализируют две аликвотные части пробы. Отобранные с помощью мерной колбы 250 см^3 пробы алкогольной продукции вносят в перегонную колбу вместимостью 500 см^3. Мерную колбу ополаскивают два-три раза дистиллированной водой, перенося содержимое в перегонную колбу с таким расчетом, чтобы объем дистиллированной воды не превышал 60—100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора ортофосфорной кислоты с объемной долей 25 %, приготовленного в соответствии с 8.1.1. Колбу немедленно помещают в перегонный аппарат. Перегонку проводят с использованием установки по ГОСТ 32080—2013 (пункт 5.3.1.2).

Приемной колбой служит та же мерная колба, в которую отбирали анализируемую пробу. В нее вносят 10—15 см^3 дистиллированной воды и погружают узкий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в баню с холодной водой и (или) льдом и начинают перегонку. После заполнения приемной колбы примерно наполовину ее объема колбу опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 см^3 дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора. После заполнения приемной колбы дистиллятом на 4/5 объема перегонку прекращают. В колбу с дистиллятом добавляют дистиллированную воду немного ниже метки и выдерживают в течение 20—30 минут при комнатной температуре, затем содержимое приемной колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

9.2 Порядок выполнения измерений

В колбу с притертой пробкой вносят 25 см^3 пробы дистиллята, полученного в соответствии с 9.1, добавляют 1 см^3 раствора хлорамина Т, приготовленного в соответствии с 8.1.2, закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают в течение 60 секунд. После этого в колбу добавляют 3,0 см^3 раствора смешанного реагента, приготовленного в соответствии с 8.1.3, перемешивают, закрывают пробкой, выдерживают 10 минут до появления фиолетовой окраски, после чего приступают к измерениям оптической плотности.

Измеряют не менее трех раз оптическую плотность приготовленного раствора, используя в качестве раствора сравнения раствор, приготовленный в соответствии с 8.3, с добавлением всех реагентов, и не содержащий определяемых компонентов. Массовую концентрацию синильной (цианистоводородной) кислоты в пробе определяют с использованием установленной градуировочной характеристики. По полученным результатам измерений оптической плотности пробы рассчитывают среднее арифметическое значение.

Если измеренная массовая концентрация синильной (цианистоводородной) кислоты превышает 0,20 мг/дм^3, проводят повторное измерение, предварительно разбавляя пробу раствором этилового спирта, приготовленным в соответствии с 8.1.4, таким образом, чтобы концентрация синильной кислоты находилась в пределах рабочего диапазона.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую концентрацию синильной (цианистоводородной) кислоты в пробе X, мг/дм^3, рассчитывают с использованием градуировочных зависимостей с учетом коэффициента разбавления пробы по формуле

$$X = C \cdot K_р, \quad (4)$$

где C — массовая концентрация синильной (цианистоводородной) кислоты в пробе, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

$K_р$ — коэффициент разбавления пробы.

Коэффициент разбавления пробы вычисляют по формуле

$$K_P = \frac{V_p}{V_a}, \quad (5)$$

где V_p — объем разбавленной пробы, см^3;

V_a — объем пробы, взятой для разбавления, см^3.

10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (6)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации синильной (цианистоводородной) кислоты, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости, % (таблица 2).

10.3 Если условие (6) не выполняется, используют методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, в соответствии ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2).

10.4 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях.

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости при необходимости повторных испытаний каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Результаты измерений, полученные в двух лабораториях, оценивают по формуле

$$\frac{2 \cdot |X_{ср1} - X_{ср2}| \cdot 100}{(X_{ср1} + X_{ср2})} \le CD_{0,95}, \quad (7)$$

где $X_{ср1}$, $X_{ср2}$ — средние величины массовой концентрации синильной (цианистоводородной) кислоты, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации синильной (цианистоводородной) кислоты, мг/дм^3, при условии $n_1 = n_2$ (рассчитывается по формуле (8);

где n_1, n_2 — число параллельных определений в первой и второй лаборатории.

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \cdot \frac{1}{2}}, \quad (8)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений;

σ_R — показатель воспроизводимости, % (таблица 2);

σ_r — показатель повторяемости, % (таблица 2).

Если критическое значение разности не превышено, то приемлемы оба результата определений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическое значение разности превышено или при возникновении разногласий руководствуются нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

11 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов измерений не превышает значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %, при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %, при P = 0,95 n = 2	Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух лабораториях, $CD_{0,95}$, % $n_1 = n_2 = 2$
От 0,010 до 0,200 включ.	36	9	18	25	47

12 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6—2003, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по пункту 6.2.3 и контроль показателя правильности по пункту 6.2.4. Проверку стабильности осуществляют с использованием контрольных карт Шухарта.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном повышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

13 Оформление результатов измерений

Результат измерений массовой концентрации синильной (цианистоводородной) кислоты, $\overline{X}$ (мг/дм^3) оформляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \tag{9}$$

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \tag{10}$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по условию (6) или подразделу 10.3, мг/дм^3;

Δ — абсолютная погрешность измерений, мг/дм^3;

δ — относительная погрешность, % (таблица 2).

Полученные результаты регистрируют в протоколе, в котором указывают: обозначение настоящего документа; регистрационный номер образца; отклонения при проведении измерений, если таковые имелись; дату отбора пробы; результат измерений.

УДК 663.36:663.8:661.664.1:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: алкогольная продукция, вкусоароматические вещества, концентрация синильной (цианистоводородной) кислоты, спектрофотометрический метод

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.12.2024. Подписано в печать 10.01.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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