МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33833—
2016**

НАПИТКИ СПИРТНЫЕ

Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии — филиалом Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ВНИИПБТ — филиал ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июля 2016 г. № 89-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 августа 2016 г. № 968-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33833—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 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»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

НАПИТКИ СПИРТНЫЕ

Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта

Spirits. Gas-chromatographic method for determination of volume fraction of methanol

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на спиртные напитки объемной долей этилового спирта от 7,0 % до 60,0 %: аперитивы, коктейли, бальзамы, джины, пунши, наливки, настойки (горькие, полусладкие, сладкие), десертные напитки, спиртные газированные и негазированные напитки, ликеры (крепкие, десертные, эмульсионные), кремы, ром, виски, текилу, спиртные зерновые дистиллированные напитки и устанавливает газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта.

Настоящий стандарт может быть также применен для определения объемной доли метилового спирта в фруктовых (плодовых) спиртованных соках и морсах.

Диапазон измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт составляет от 0,003 % до 0,120 %.

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

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 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)]

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

---

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

2) В Российской Федерации действует также ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

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

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

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

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

ГОСТ 30536 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

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

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

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 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 хроматографическом разделении метилового спирта и других летучих веществ, присутствующих в анализируемой пробе дистиллята, полученного после предварительной перегонки спирта из спиртного напитка, и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 32080—2013 (раздел 4).

4.2 Определение объемной доли метилового спирта проводят в дистиллятах, полученных после предварительной перегонки спирта из анализируемого спиртного напитка (далее — дистиллят), для эмульсионных ликеров — по ГОСТ 32080—2013 (подпункт 5.3.4.2), для остальных спиртных напитков — по ГОСТ 32080—2013 (подпункт 5.3.1.2).

4.3 Анализируемый дистиллят помещают в микровиалу вместимостью 2 см^3, предварительно ополоснутую дистиллятом. Пипеткой вместимостью 2 см^3 вносят 1 см^3 дистиллята, подготовленного по 4.2.

5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе соблюдают:

- требования взрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

При работе с вредными веществами соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.1.007.

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

6 Требования к квалификации персонала

К работе на газовом хроматографе допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой газохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемого оборудования.

7 Требования к условиям измерений

Подготовку проб и измерения проводят в следующих лабораторных условиях:

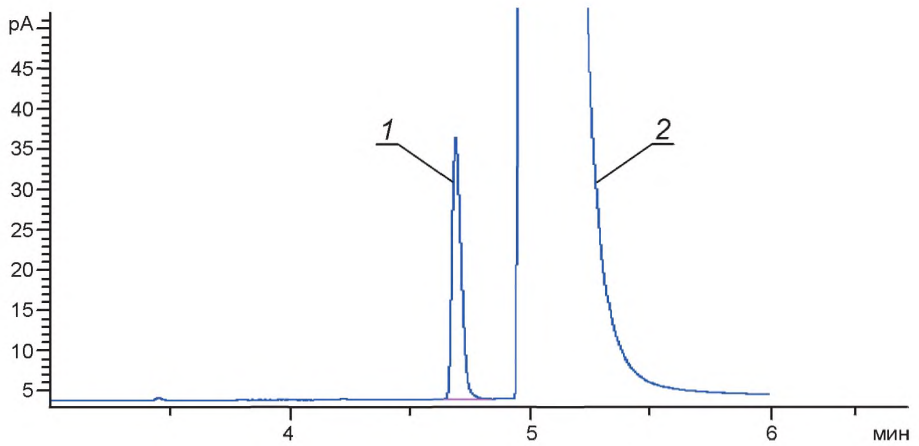
- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность ..... от 30 % до 80 %;
- частота переменного тока ..... (50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети ..... $(220 \pm^{22}_{33})$ В.

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

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с, с колонкой газохроматографической капиллярной с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,50 мкм.

Компьютер, имеющий программное обеспечение, обеспечивающее управление работой газового хроматографа и обработку результатов измерений.

Примечание — Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.



1 — метиловый спирт; *2* — этиловый спирт

Рисунок 1 — Хроматограмма градуировочного раствора метилового спирта для определения объемной доли метилового спирта в дистилляте

Микрошприцы вместимостью 10 мм^3, относительной погрешностью ± 1 %.

Колбы мерные 2—10—2, 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—2—2, 1—2—2—5, 1—2—2—10, 1—2—2—25 или 2—2—2—2, 2—2—2—5, 2—2—2—10, 2—2—2—25 по ГОСТ 29227.

Пипетки 1—2—5 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменной вместимостью от 0,025 до 0,200 см^3, с относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема ± 0,8 %.

Микродозатор с переменной вместимостью от 0,1 до 1,0 см^3, относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема ± 0,7 %.

Микровиалы вместимостью 2 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья с объемной долей метилового спирта в пересчете на безводный спирт не более 0,001 % по ГОСТ 5962.

Метанол с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температур от 0 °С до 100 °С, ценой деления 0,1 °С или 0,5 °С и пределом допускаемой погрешности ± 0,2 °С и ± 1 °С соответственно по ГОСТ 28498.

Азот по ГОСТ 9293, о. ч. Допускается использовать генераторы азота.

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

Воздух кл. 0 по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушные компрессоры, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха согласно инструкции по эксплуатации газового хроматографа.

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

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.2 Кондиционирование капиллярной колонки

9.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью от 0,048 до 0,072 дм^3/ч при программировании температуры термостата колонок от 70 °С до 220 °С и выдерживают при этой температуре в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при температуре термостата колонок 70 °С — 80 °С.

9.2.2 Перед проведением анализа кондиционирование колонки проводят при температуре термостата колонок 220 °С до стабилизации базовой линии (от 30 до 40 мин), не отсоединяя колонку от детектора.

9.3 Приготовление градуировочных растворов

9.3.1 Исходные градуировочные растворы ИР-1, ИР-2 и ИР-3 готовят в соответствии с процедурой, изложенной в приложении А.

9.3.2 Для анализируемого дистиллята готовят градуировочные растворы ГР$_i$-1, ГР$_i$-2 и ГР$_i$-3 из исходных градуировочных растворов ИР-1, ИР-2 и ИР-3 соответственно.

9.3.3 Определяют объемную долю этилового спирта $X_{Эi}$, %, в дистилляте для эмульсионных ликеров — по ГОСТ 32080—2013 (подпункт 5.3.4.3), для остальных спиртных напитков — по ГОСТ 32080—2013 (подпункт 5.3.1.3). Готовят градуировочные растворы ГР$_i$-1, ГР$_i$-2 и ГР$_i$-3 объемной долей этилового спирта в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Объемная доля этилового спирта в анализируемом дистилляте, %	Объемная доля этилового спирта в градуировочном растворе, %
От 7,0 до 15,0 включ.	10,0
Св. 15,0 до 25,0 включ.	20,0
Св. 25,0 до 35,0 включ.	30,0
Св. 35,0 до 45,0 включ.	40,0
Св. 45,0 до 60,0 включ.	50,0

Каждый исходный градуировочный раствор (ИР-1, ИР-2, ИР-3) разводят дистиллированной водой до объемной доли этилового спирта, равной $X_{Эi}$, %, при температуре (20,0 ± 0,2) °С.

Для приготовления градуировочного раствора объемом $V_{ГРi}$, см^3, с объемной долей этилового спирта $X_{Эi}$, %, объем исходного градуировочного раствора $V_{ИРi}$, см^3, вычисляют по формуле

$$V_{ИРi} = \frac{V_{ГРi} \cdot X_{Эi}}{X_{Эс}}, \quad (1)$$

где $X_{Эс}$ — объемная доля этилового спирта в исходном градуировочном растворе [ИР-1, ИР-2 или ИР-3 (см. А.2 приложения А)], %.

Срок хранения градуировочных растворов в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С в герметично закрытой посуде — не более 6 мес.

9.3.4 Объемную долю метилового спирта X_{Mi}, %, в приготовленных градуировочных растворах $ГР_i$-1, $ГР_i$-2 или $ГР_i$-3 вычисляют по формуле

$$X_{Mi} = \frac{X_{Mj} \cdot X_{Эi}}{X_{Эс}}, \quad (2)$$

где X_{Mj} — объемная доля метилового спирта в исходном градуировочном растворе ИР-1, ИР-2 или ИР-3 (см. А.3.5 приложения А), %;

$X_{Эi}$ — объемная доля этилового спирта в приготовленном градуировочном растворе, %;

$X_{Эс}$ — объемная доля этилового спирта в исходном градуировочном растворе (ИР-1, ИР-2 или ИР-3), %.

10 Выполнение измерений

10.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

- температура детектора . . . . . 220 °С — 230 °С;
- температура испарителя (инжектора). . . . . 120 °С — 60 °С;
- коэффициент деления потока . . . . . 20:1—40:1;
- начальная температура термостата колонок . . . . . 70 °С — 80 °С;
- изотерма 1. . . . . 7 мин;
- температура термостата колонок в конце анализа . . . . . 220 °С;
- изотерма 2. . . . . 5 мин;
- газ-носитель . . . . . азот;
- скорость потока газа-носителя . . . . . 0,048—0,072 дм^3/ч;
- скорость потока водорода . . . . . 1,8 дм^3/ч;
- скорость потока воздуха . . . . . 18 дм^3/ч;
- объем пробы . . . . . 0,5—1,0 мм^3.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение веществ, аналогичное приведенным на рисунке 1.

10.2 Прибор градуируют по градуировочным растворам методом абсолютной градуировки.

10.3 Градуировку хроматографа выполняют, используя градуировочные растворы $ГР_i$-1, $ГР_i$-2 и $ГР_i$-3, приготовленные по 9.3.3. Хроматографируют каждый градуировочный раствор. Регистрируют время удерживания и площади пиков метилового спирта. Измерения выполняют не менее двух раз. Усредненные площади пиков метилового спирта соответствуют объемной доле метилового спирта X_{Mi}, %, вычисленной по формуле (2). Хроматограмма градуировочного раствора для определения объемной доли метилового спирта в дистилляте приведена на рисунке 1.

10.4 Для получения градуировочной характеристики полученные измерения обрабатывают методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения. Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

10.5 Градуировочная зависимость считается приемлемой, если рассчитанное программным обеспечением значение коэффициента корреляции для градуировочной зависимости метилового спирта не менее 0,998.

10.6 Градуировку хроматографа проводят также при смене хроматографической колонки, градуировочных растворов, после проведения ремонтных работ.

10.7 Перед началом измерений проводят «холостой» анализ (без ввода пробы) в условиях, указанных в 10.1. При наличии на хроматограмме пиков, не относящихся к высокочастотному шуму, проводят кондиционирование колонки по 9.2.2.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 5 или 10 мм^3 вводят 1,0 мм^3 дистиллята и выполняют хроматографическое разделение в условиях, указанных в 10.1.

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующей метиловому спирту градуировочного раствора. Измерения проводят два раза в условиях повторяемости [см. ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14)].

11 Обработка результатов

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

Диапазон измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %, при P = 0,95	Стандартное (среднее квадратическое) отклонение повторяемости $\sigma_{r\text{отн}}$, %	Стандартное (среднее квадратическое) отклонение воспроизводимости $\sigma_{R\text{отн}}$, %	Предел повторяемости $r_{\text{отн}}$, % (P = 0,95, n = 2)
От 0,003 до 0,006 включ.	28	9	14	25
Св. 0,006 до 0,120 включ.	22	7	11	19

11.2 Результаты измерений объемной доли метилового спирта X_i, %, пересчитывают на безводный спирт по формуле

$$X_{\text{бс}i} = X_i \frac{100}{X_{\text{Э}i}}, \quad (3)$$

где $X_{\text{бс}i}$ — объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт;

100 — объемная доля безводного спирта, %;

$X_{\text{Э}i}$ — объемная доля этилового спирта в дистилляте, %.

Среднее арифметическое значение двух параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт $X_{\text{србс}}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{србс}} = \frac{X_{\text{бс1}} + X_{\text{бс2}}}{2}, \quad (4)$$

где $X_{\text{бс1}}$, $X_{\text{бс2}}$ — результаты параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт в анализируемом дистилляте, %;

2 — число параллельных измерений.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле

$$\frac{2 \cdot \left| X_{\text{бс1}} - X_{\text{бс2}} \right| \cdot 100}{\left(X_{\text{бс1}} + X_{\text{бс2}} \right)} \le r_{\text{отн}}, \quad (5)$$

где 2 — число параллельных измерений;

$X_{\text{бс1}}$, $X_{\text{бс2}}$ — результаты параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт в анализируемом дистилляте, %;

100 — множитель для пересчета в проценты;

$r_{\text{отн}}$ — значение (относительное) предела повторяемости измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт (см. таблицу 2), %.

Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 10.7.

11.3 Результаты измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, признанные приемлемыми в соответствии с 11.2, в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде

$$X_{ср} \pm \Delta,\ P = 0{,}95,\ \%,$$

где $X_{ср}$ — среднее арифметическое значение двух результатов измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, признанных приемлемыми по 11.2, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт при $P = 0{,}95$, %, вычисляемое по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}, \quad (6)$$

где 0,01 — множитель для пересчета процентов в доли единицы;

δ — значение границ относительной погрешности измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт при $P = 0{,}95$ (см. таблицу 2), %.

11.4 Если полученный результат измерений выходит за пределы границ диапазона измерений объемных долей в пересчете на безводный спирт, установленных в таблице 2, результаты представляют в виде

$$X_{ср} < 0{,}003\ \%\ \text{или}\ X_{ср} > 0{,}120\ \%.$$

11.5 Числовое значение результата измерений ($X_{ср}$) должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности, содержащее не более двух значащих цифр.

12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

12.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

12.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов по отношению к их среднему арифметическому значению с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

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

где $X_{ср1}$, $X_{ср2}$ — средние арифметические значения результатов измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 11.2, %;

$CD_{0,95отн}$ — значение (относительное) критической разности объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, которое вычисляют по формуле

$$CD_{0,95отн} = 2{,}77\sqrt{\sigma^2_{Rотн} - \sigma^2_{rотн}/2}, \quad (8)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных измерений по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 4.1.2);

$\sigma_{Rотн}$ — показатель воспроизводимости (см. таблицу 2), %;

$\sigma_{rотн}$ — показатель повторяемости (см. таблицу 2), %.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3). При разногласиях руководствуются ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.4).

Приложение А
(обязательное)

Приготовление исходных градуировочных растворов для определения объемной доли метилового спирта в спиртных напитках

А.1 Средства измерений, реактивы, материалы и посуда — по разделу 7.

А.2 В этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья по ГОСТ 5962, используемом в качестве растворителя при приготовлении исходных градуировочных растворов, определяют объемную долю этилового спирта $X_{Эс}$, %, по ГОСТ 32036—2013 (пункт 6.3), объемную долю метилового спирта X_{Mc}, %, — по ГОСТ 30536.

А.3 Процедура приготовления исходных градуировочных растворов (ИР-1, ИР-2, ИР-3)

А.3.1 Приготовление градуировочных растворов проводят при температуре (20,0 ± 0,2) °С в вытяжном шкафу.

А.3.2 Приготовление исходного градуировочного раствора ИР-1

А.3.2.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 40—50 см^3 этилового спирта. Затем микродозатором вместимостью 0,025—0,200 см^3 вносят 0,12 см^3 метилового спирта.

А.3.2.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре (20,0 ± 0,2) °С в течение 25 мин и доводят до метки этиловым спиртом.

А.3.2.3 Объемную долю метилового спирта X_{M1}, %, в исходном градуировочном растворе ИР-1 вычисляют с учетом объемной доли метилового спирта X_{Mc}, %.

А.3.3 Приготовление исходного градуировочного раствора ИР-2

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 40—50 см^3 этилового спирта и пипеткой вместимостью 5 см^3 по ГОСТ 29169 вносят 5 см^3 исходного градуировочного раствора ИР-1, приготовленного по А.3.2.1. Далее повторяют процедуры по А.3.2.2.

А.3.4 Приготовление исходного градуировочного раствора ИР-3

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 30—40 см^3 этилового спирта и пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят 2,5 см^3 исходного градуировочного раствора ИР-1, приготовленного по А.3.2.1. Далее повторяют процедуры по А.3.2.2.

А.3.5 Вычисление объемной доли метилового спирта в исходных градуировочных растворах

Объемную долю метилового спирта в исходных градуировочных растворах X_{Mj}, %, вычисляют по формуле

$$X_{Mj} = \frac{X_{M1} \cdot V_{ИР1} + X_{Mc} \cdot V_c}{100}, \qquad (А.1)$$

где X_{M1} — объемная доля метилового спирта в исходном градуировочном растворе ИР-1, %;

$V_{ИР1}$ — объем исходного градуировочного раствора ИР-1, дм^3;

X_{Mc} — объемная доля метилового спирта в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья, используемом для приготовления исходных градуировочных растворов, %;

V_c — объем этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, используемого для приготовления исходных градуировочных растворов, дм^3;

100 — объем приготовленного исходного градуировочного раствора, дм^3.

А.4 Требования безопасности

Работы по приготовлению градуировочных растворов проводят 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.

А.5 Требования к квалификации персонала

К приготовлению градуировочных растворов допускают персонал, имеющий квалификацию не ниже инженера-химика.

А.6 Требования к упаковке и маркировке

Градуировочные растворы, приготовленные по А.3, помещают в колбы с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетки с указанием объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, даты и времени приготовления.

А.7 Условия хранения

Срок хранения исходных градуировочных растворов, приготовленных по А.3, в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С в герметично закрытой посуде — не более 6 мес.

УДК 663.5:543.06:006.35 МКС 67.160.10

Ключевые слова: напитки спиртные, аперитивы, коктейли, бальзамы, джины, пунши, наливки, настойки горькие, настойки полусладкие, настойки сладкие, напитки десертные, напитки спиртные газированные и негазированные, ликеры крепкие, ликеры десертные, ликеры эмульсионные, кремы, виски, ром, текила, спиртные зерновые дистиллированные напитки, дистиллят, метиловый спирт, градуировочный раствор, хроматограмма, газохроматографический метод

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 29.11.2019. Подписано в печать 02.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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