МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32930— 2014

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ, НАПИТКИ СПИРТНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения содержания массовой концентрации фурфурола

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБТ 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
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

(Поправка).

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2014 г. № 1717-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32930—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ИЗДАНИЕ (ноябрь 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, 2015, 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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы 3
6 Условия проведения измерений 3
7 Требования к квалификации операторов 3
8 Отбор и подготовка проб 3
9 Подготовка к выполнению анализа 4
10 Выполнение анализа 5
11 Обработка результатов измерений 5
12 Требования безопасности 5
13 Метрологические характеристики метода 5
14 Контроль точности результатов измерений 6
15 Оформление результатов измерений 6

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

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ, НАПИТКИ СПИРТНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения содержания массовой концентрации фурфурола

Ethanol from food raw material, alcoholic drinks.
Spectrophotometric method for determination of furfural mass concentration

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья (далее — спирт) и спиртные напитки (висковые дистилляты, спиртные напитки из зернового сырья, получаемые методом дистилляции, и виски) и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой концентрации фурфурола.

Диапазон измерений массовой концентрации фурфурола в спирте и спиртных напитках — от 2,7 до 35,0 мг/дм^3.

Диапазон измерений массовой концентрации фурфурола в спирте и спиртных напитках в пересчете на безводный этиловый спирт — от 8 до 100 мг/дм^3.

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 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 5819 Реактивы. Анилин. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10930 Реактивы. Фурфурол. 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 32013 Спирт этиловый. Метод определения наличия фурфурола

ГОСТ 32036 Спирт этиловый из пищевого сырья. 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **ректификованный этиловый спирт из пищевого сырья:** Этиловый спирт из пищевого сырья крепостью не менее 96 %, изготавливаемый методом спиртового брожения крахмалосодержащего и сахароносодержащего сырья (за исключением фруктового) с последующей брагоректификацией бражки или ректификацией этилового спирта-сырца, а также головной фракции этилового спирта, изготавливаемой из пищевого сырья, и продуктов переработки, образующихся при производстве этилового спирта из пищевого сырья, водок, ликероводочных изделий, содержащих сопутствующие летучие примеси.

3.2 **спиртной напиток из зернового сырья, получаемый методом дистилляции:** Спиртной напиток крепостью не менее 35,0 % и не более 65,0 %, изготавливаемый из невыдержанных или выдержанных зерновых дистиллятов с добавлением или без добавления сахара и других сахаросодержащих продуктов, вкусоароматических компонентов, натуральных красителей, питьевой подготовленной воды, без добавления этилового ректификованного спирта, этилового спирта-сырца, алкогольной продукции.

3.3 **висковый дистиллят:** Зерновой дистиллят, выдержанный в дубовых бочках вместимостью не более 700 дм^3 не менее трех лет.

3.4 **Российский виски:** Спиртной напиток из зернового сырья, крепостью не менее 40,0 %, приготовляемый путем одной или нескольких дистилляций сброженного сусла до крепости не более 94,8 % таким образом, чтобы дистиллят имел аромат и вкус используемого сырья, с добавлением воды и карамели (колера) в виски, выдержанных не менее трех лет в дубовых бочках вместимостью не более 700 дм^3.

3.5 **солодовый виски:** Спиртной напиток крепостью не менее 40,0 %, приготовляемый путем одной или нескольких дистилляций сброженного солодового сусла, произведенного из солода зерновых культур, и выдержанный не менее трех лет в дубовых бочках.

3.6 **зерновой виски:** Спиртной напиток крепостью не менее 40,0 %, приготовляемый путем одной или нескольких дистилляций сброженного зернового сусла, произведенного из ячменя и/или ржи, и/или пшеницы, и/или кукурузы с добавлением солода (не менее 10 % к использованному сырью), и выдержанный не менее трех лет в дубовых бочках.

3.7 **купажированный виски:** Спиртной напиток крепостью не менее 40,0 %, приготовляемый путем смешивания солодового и зернового выдержанного дистиллята, без последующей выдержки в дубовых бочках.

4 Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия фурфурола с анилином в присутствии ледяной уксусной кислоты с образованием окрашенных растворов, интенсивность окраски которых измеряют на спектрофотометре.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Спектрофотометр, спектральным диапазоном измерений 190—900 нм, диапазоном измерений оптической плотности 0,0—3,0, погрешностью установки длин волн ±1,0 нм*.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-2-2-10, 1-2-1-1 по ГОСТ 29227.

Дозатор пипеточный многофункциональный, диапазоном вместимости пипетки — 0,02—0,2 $см^3$, устанавливаемым объемом — 0,02 $см^3$, допустимыми значениями 0,01976—0,02024 $см^3$, изменением объема при полном обороте калибровочного ключа ΔV (24 цены деления) — 0,0063 $см^3$.

Дозатор пипеточный многофункциональный, диапазоном вместимости пипетки — 0,1—1 $см^3$, устанавливаемым объемом — 0,1 $см^3$, допустимыми значениями — 0,0984—0,1016 $см^3$, изменением объема при полном обороте калибровочного ключа ΔV (24 цены деления) — 0,025 $см^3$.

Дозатор пипеточный многофункциональный, диапазоном вместимости пипетки — 1—5 $см^3$, устанавливаемым объемом — 1 $см^3$, допустимыми значениями — 0,994—1,006 $см^3$, изменением объема при полном обороте калибровочного ключа ΔV (24 цены деления) — 0,125 $см^3$.

Термометр с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер с емкостью шкалы счетчика 1 мин, ценой деления 1 с и погрешностью ±1,5 с.

Штатив для пробирок.

Пробирки П4-25 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Анилин по ГОСТ 5819, ч. д. а.

Фурфурол по ГОСТ 10930, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерений, а также реактивов, по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений 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 ..... $\left(220^{+22}_{-33}\right)$;
- частота переменного тока, Гц ..... (50 ± 1).

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера, прошедших соответствующий курс обучения и изучивших инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

8 Отбор и подготовка проб

8.1 Отбор проб

Отбор проб спирта — по ГОСТ 32036.

Отбор проб спиртных напитков — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

---

* Допускается применение фотоэлектрического лабораторного колориметра спектральным диапазоном измерений 315—980 нм, диапазоном измерений коэффициента пропускания от 100 % до 5 %, диапазоном измерения оптической плотности 0,0—1,3, пределами допускаемого значения абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания ±1 %.

8.2 Подготовка проб

Пробы спиртных напитков могут иметь окраску. Для этого их подвергают перегонке на лабораторной установке для перегонки этилового спирта или автоматическом дистилляторе. Перегонку пробы спиртного напитка на автоматическом дистилляторе осуществляют по инструкции, прилагаемой к прибору.

8.3 Определение объемной доли этилового спирта в спиртных напитках после перегонки

Объемную долю этилового спирта в дистилляте определяют ареометрическим, пикнометрическим методами или с применением электронных автоматических приборов в соответствии с нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

В случае необходимости, спиртные напитки после перегонки разбавляют дистиллированной водой до объемной доли этилового спирта 35 % при температуре (20,0 ± 0,2) °С. Объем спиртного напитка, $см^3$, который берут для разбавления до объемной доли этилового спирта 35 %, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{V_2 \cdot X_2}{X_1}, \quad (1)$$

где V_2 — объем раствора, который необходимо приготовить, $см^3$;

X_2 — необходимая объемная доля этилового спирта, равная 35 %;

X_1 — исходная объемная доля этилового спирта в изделии, %.

9 Подготовка к выполнению анализа

9.1 Приготовление основного раствора фурфурола

Пипеткой отбирают 1 $см^3$ раствора фурфурола и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 35 %.

Срок хранения раствора в темном месте при температуре 5 °С—6 °С — не более 7 сут

9.2 Построение градуировочного графика

Для приготовления градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеривают пипеточным дозатором 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 $см^3$ основного раствора фурфурола и содержимое каждой колбы доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 35 %. Массовую концентрацию полученных растворов $C_{масс}$, $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$C_{масс} = C_{об} \cdot 100 \cdot \rho, \quad (2)$$

где $C_{об}$ — объемная доля фурфурола, %;

100 — коэффициент пересчета в $мг/дм^3$;

ρ — плотность фурфурола при температуре (20,0 ± 0,2) °С по ГОСТ 10930, $г/см^3$.

Массовая концентрация полученных растворов соответствует: 2,9; 5,8; 11,6; 23,2; 34,8 $мг/дм^3$ фурфурола.

В пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 25 $см^3$ помещают 10 $см^3$ градуировочного раствора, добавляют 0,5 $см^3$ анилина, перемешивают, далее приливают 1,0 $см^3$ ледяной уксусной кислоты. Пробирки закрывают пробкой, содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин. Далее измеряют оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 540 нм по сравнению с дистиллированной водой. Одновременно ставят холостую пробу, в которую вместо 10 $см^3$ градуировочного раствора добавляют 10 $см^3$ этилового спирта объемной долей 35 %.

Анализ градуировочного раствора проводят не менее трех раз и из полученных значений вычисляют среднеарифметическое значение.

По полученным значениям строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации фурфурола, $мг/дм^3$, а на оси ординат соответствующее значение оптической плотности.

Полученная градуировочная зависимость должна быть прямолинейной.

Градуировочный график строят перед проведением измерений не реже, чем один раз в месяц или при замене партии реактивов.

Стабильность градуировочной зависимости проверяют путем анализа свежеприготовленных градуировочных растворов с массовой концентрацией фурфурола 5,8 и 23,2 мг/дм^3.

Среднее значение двух параллельных анализов не должно отличаться от указанных массовых концентраций более чем на 10 %, в случае несоответствия этому критерию градуировочную зависимость обновляют.

10 Выполнение анализа

Анализ спирта проводят в соответствии с ГОСТ 32013. В случае появления светло-розовой окраски в результате проведения анализа массовую концентрацию фурфурола в спирте определяют в соответствии с 9.2, используя вместо градуировочного раствора 10 см^3 пробы спирта, разбавленной до объемной доли этилового спирта 35 % при температуре (20,0 ± 0,2) °С.

Анализ спиртных напитков также проводят в соответствии с 9.2, используя вместо градуировочного раствора 10 см^3 спиртного напитка, если спиртной напиток цветной — то его дистиллята, разбавленного до объемной доли этилового спирта 35 % при температуре (20,0 ± 0,2) °С (см. 8.3).

Выполняют два параллельных анализа.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию фурфурола в спирте или спиртных напитках находят по градуировочному графику. Далее пересчитывают на безводный спирт.

11.2 Массовую концентрацию фурфурола в пересчете на безводный этиловый спирт C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_{масс} \cdot 100}{35}, \quad (3)$$

где $C_{масс}$ — массовая концентрация фурфурола по градуировочному графику;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

35 — объемная доля этилового спирта в пробе, %.

11.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных анализов, полученных в условиях повторяемости, при условии, что расхождение между ними, выраженное в процентах, относительно среднего значения, не превышает 25 % для значений массовой концентрации фурфурола до 10,0 мг/дм^3 включительно и 17 % для концентраций, превышающих 10,0 мг/дм^3. Результат измерений округляют таким образом, чтобы наименьшие разряды его числовых значений были одинаковыми с разрядами числовых значений абсолютной суммарной погрешности, содержащих не более двух значащих цифр.

12 Требования безопасности

При проведении измерений следует соблюдать:

- требования электробезопасности — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт, и инструкции по эксплуатации приборов;
- требования взрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.010;
- требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами, — по ГОСТ 12.1.007.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

13 Метрологические характеристики метода

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации фурфурола, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности) ± δ, %	Критическая разность для результатов, полученных в двух разных лабораториях $CD_{0,95}$, %
От 2,7 до 10,0 включ.	7	9	18	25
Св. 10,0 до 35,0	5	6	12	17
* Установленные численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в процентах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2.				

14 Контроль точности результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых анализов регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

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

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

15 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результат измерений массовой концентрации фурфурола $\overline{C}$, мг/дм^3, представляют в виде

$$\overline{C} \pm \Delta \text{ либо } \overline{C} \pm U,$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений, полученное по 11.3, мг/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений (при P = 0,95) массовой концентрации фурфурола, мг/дм^3, вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01\ \delta\overline{C},$$

где δ — относительная погрешность измерений (при P = 0,95) массовой концентрации фурфурола (см. таблицу 1), %;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2, мг/дм^3, вычисляемая по формуле

$$U = 0{,}01\ U_{отн}\overline{C},$$

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность, %, при коэффициенте охвата k = 2 (см. таблицу 1).

Допускается результат измерений представлять в виде

$$\overline{C} \pm \Delta_{лаб},\ мг/дм^3,\ при\ условии\ \Delta_{лаб} < \Delta,$$

где $\Delta_{лаб}$ — значение показателя точности измерений (границы абсолютной погрешности измерений при P = 0,95), установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений;

либо $\overline{C} \pm U_{лаб}$, мг/дм^3, при условии $U_{лаб} < U$,

где $U_{лаб}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

УДК 661.722.001.4:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: спирт этиловый, напитки спиртные, фурфурол, анилин, уксусная ледяная кислота, метрологические характеристики, сходимость, воспроизводимость

Редактор *О.В. Рябиничева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.11.2019. Подписано в печать 05.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
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