ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52945— 2008

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ

Спектрально-люминесцентный метод идентификации

Издание официальное

БЗ 12—2007/430

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН ГНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликероводочная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 августа 2008 г. № 163-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2008

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 Отбор проб 2
5 Метод измерения 2
5.1 Сущность метода 2
5.2 Средства измерений, оборудование, материалы 3
5.3 Условия проведения измерений 4
5.4 Подготовка к проведению измерений 4
5.5 Проведение измерений 4
6 Характеристики погрешности измерения и достоверности идентификации 4
7 Контроль точности результатов измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта 5
8 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории 5
9 Требования безопасности 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ

Спектрально-люминесцентный метод идентификации

Rectified ethanol. Spectral-luminescent method of identification

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на спирт этиловый ректификованный из пищевого или непищевого сырья и устанавливает спектрально-люминесцентный метод определения наличия или отсутствия люминесцирующих микропримесей, характерных для спирта из пищевого сырья, с целью идентификации спирта.

Уровень значимости, характеризующий достоверность идентификации спиртов, не более 0,05 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 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 ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 52473—2005 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 5964—93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

Издание официальное

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 **идентификация этилового ректификованного спирта:** Определение принадлежности к спирту из пищевого или непищевого сырья по наличию или отсутствию люминесцирующих микропримесей, характерных для спирта из пищевого сырья.

3.2 **люминесцирующие микропримеси:** Следовые количества ароматических аминокислот (триптофана, тирозина, фенилаланина), содержащиеся в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья массовой концентрации $C \le 10^{-6}$ г/дм^3, или ароматические или гетероциклические углеводороды и их производные, содержащиеся в этиловом ректификованном спирте из непищевого сырья, обладающие способностью люминесцировать (испускать излучение оптического диапазона) при фотовозбуждении.

3.3 **селективный спектр возбуждения люминесценции:** Зависимость интенсивности люминесценции образца спирта от длины волны (частоты) возбуждающего излучения при условии регистрации излучения на фиксированной длине волны (частоте) в узком спектральном диапазоне $\left(\frac{\Delta\lambda_{рег}}{\lambda_{рег}} << 1\right)$ и возбуждения излучением с узкой спектральной полосой $\frac{\Delta\lambda_{возб}}{\lambda_{возб}} << 1$.

4 Отбор проб

Отбор проб для анализа этилового ректификованного спирта по ГОСТ Р 52473, ГОСТ 5964, ГОСТ 18300.

5 Метод измерения

5.1 Сущность метода

Метод основан на получении зависимости интенсивности люминесценции образца идентифицируемого этилового ректификованного спирта, регистрируемой на фиксированной длине волны $\lambda = \lambda_{рег} \pm \pm\Delta\lambda$ ($\Delta\lambda \le 10$ нм), от длины волны возбуждающего излучения.

Процедура идентификации этилового ректификованного спирта заключается в сопоставлении селективного спектра возбуждения люминесценции, полученного для идентифицируемого образца этилового ректификованного спирта, с известным селективным спектром возбуждения люминесценции, характерным для образца этилового ректификованного спирта «Люкс» по [1].

Сходство (или различие) селективных спектров возбуждения люминесценции свидетельствует о сходстве (или различии) присутствующих люминесцирующих микропримесей, следовательно, о происхождении исходного сырья.

О принадлежности образца этилового ректификованного спирта к спирту из пищевого или непищевого сырья судят на основании соответствия (или несоответствия) селективного спектра возбуждения люминесценции идентифицируемого образца спирта, селективному спектру возбуждения люминесценции, характерному для образца этилового ректификованного спирта «Люкс» по [1].

Интенсивность селективного спектра возбуждения выражается в условных единицах, $K_i(\lambda)$, которую получают как отношение измеренной интенсивности в спектре возбуждения люминесценции i-го образца, $I_i(\lambda)$, к величине интенсивности в его максимуме, $I_{i\max}(\lambda)$:

$$K_i(\lambda) = \frac{I_i(\lambda)}{I_{i\,\max}(\lambda)} .$$

Индексом соответствия селективного спектра возбуждения люминесценции идентифицируемого образца этилового ректификованного спирта селективному спектру возбуждения, характерному для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, i, является сумма относительных отклонений четырех параметров, характеризующих форму нормированного селективного спектра возбуждения люминесценции $i = P_1 + P_2 + P_3 + P_4$:

$$P_1 = \left| \frac{\int_{260}^{300} K_i(\lambda)d\lambda - \int_{260}^{300} K_0(\lambda)d\lambda}{\int_{260}^{300} K_0(\lambda)d\lambda} \right|$$ — модуль относительного отклонения величины интеграла идентифицируемого спектра ($K_i(\lambda)$) от величины интеграла спектра, характерного для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья ($K_0(\lambda)$) в диапазоне от 260 до 300 нм ($K_0(\lambda) = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{200} I_i(\lambda)$ — отнесенный к максимальной интенсивности селективный спектр возбуждения, характерный для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья);

$$P_2 = \left| \frac{K_i(230\,\text{нм}) - K_0(230\,\text{нм})}{K_0(230\,\text{нм})} \right|$$ — модуль относительного отклонения интенсивности идентифицируемого спектра от максимальной интенсивности в селективном спектре возбуждения, характерном для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья ($K_0 = 1$; $\lambda = 230$ нм);

$$P_3 = \left| \frac{K_i(280\,\text{нм}) - K_0(280\,\text{нм})}{K_0(280\,\text{нм})} \right|$$ — модуль относительного отклонения интенсивности идентифицируемого спектра от максимальной интенсивности в селективном спектре возбуждения, характерном для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья ($K_0 = 0{,}39$; $\lambda = 280$ нм);

$$P_4 = \left| \frac{\int_{220}^{242} K_i(\lambda)d\lambda - \int_{220}^{242} K_0(\lambda)d\lambda}{\int_{220}^{242} K_0(\lambda)d\lambda} \right|$$ — модуль относительного отклонения величины интеграла идентифицируемого спектра от величины интеграла спектра, характерного для этилового ректификованного спирта из пищевого сырья в диапазоне от 220 до 242 нм.

Критерием идентичности образца этилового ректификованного спирта образцу спирта, приготовленному из пищевого сырья, служит попадание величины индекса соответствия i в интервал значений $0 < i \le 1$, а критерием идентичности этиловому ректификованному спирту, полученному из непищевого сырья, $i > 1$.

5.2 Средства измерений, оборудование, материалы

5.2.1 Спектрофлуориметр с характеристиками:

- спектральный диапазон возбуждения люминесценции от 200 до 300 нм;
- допускаемая абсолютная погрешность отсчетного устройства установки длин волн не более 0,5 нм;
- допускаемое среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности отсчетного устройства установки длин волн не более 0,25 нм;
- отношение сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды при длине волны 340 нм при ширине щелей монохроматоров 10 нм не менее 500:1;
- автоматическая коррекция измеряемого спектра на функцию спектральной чувствительности спектрофотометра;
- наличие режима сохранения информации в виде файла данных в текстовом формате, допускающего обработку с помощью внешних программ.

5.2.2 Персональная электронно-вычислительная машина (компьютер) для обработки информации и проведения вычислений.

5.2.3 Стандартная оптическая кювета (10 × 10 мм) из кварцевого стекла марки КУ-1 для измерения интенсивности люминесценции жидких образцов.

5.2.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

5.2.5 Хлопчатобумажная ткань любого типа.

Допускается использование спектрофлуориметров с аналогичными характеристиками:

сканирующего спектрофлуориметра Cary Eclipse фирмы VARIAN (EC)[1)];

люминесцентного спектрометра LS — 50B фирмы PerkinElmer (США)[1)];

спектрофлуориметра RF — 5301 (PC) фирмы Shimadzy (Япония)[1];

абсорбционно-люминесцентного спектрофлуориметра ALS01 — разработка ИСПМ им. Н. С. Ениколопова РАН (РФ).

5.3 Условия проведения измерений

При измерениях соблюдают следующие условия:

температура окружающей среды, С . . . . . от 10 до 35;

относительная влажность воздуха, % . . . . . 65 ± 15;

напряжение питающей сети, В . . . . . 220 ± 22;

частота, Гц . . . . . 50.

5.4 Подготовка к проведению измерений

5.4.1 Подготовку спектрофлуориметра к проведению измерений осуществляют по инструкции, приложенной к прибору.

5.4.2 Анализируемый этиловый ректификованный спирт объемом 3 — 5 $см^3$ помещают в прилагаемую к спектрофлуориметру чисто вымытую кварцевую кювету, предварительно дважды ополоснутую этим спиртом.

5.4.3 Перед установкой в кюветное отделение спектрофлуориметра наружную поверхность кюветы тщательно протирают чистой хлопчатобумажной тканью.

5.5 Проведение измерений

5.5.1 Кювету с анализируемым образцом спирта устанавливают в кюветное отделение.

5.5.2 Запускают следующий режим измерения:

- спектральная ширина щели монохроматоров возбуждения и испускания — не более 10 нм;
- измерение интенсивности люминесценции при регистрации на длине волны 340 нм при последовательном возбуждении от 200 до 300 нм (шаг сканирования — 1 нм, время накопления сигнала — 2 с).

5.5.3 После проведения измерения данные сохраняют в текстовом формате в виде табличного файла с расширением dat.

5.5.4 Обработку результатов проводят по методике, приведенной в 5.1.

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

6 Характеристики погрешности измерения и достоверности идентификации

6.1 Относительная погрешность измерения интенсивности излучения при возбуждении на длине волны, соответствующей максимуму селективного спектра возбуждения люминесценции, — не более 5 %.

6.2 Относительная погрешность измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения при сканировании в диапазоне от 200 до 300 нм не более 15 %.

6.3 Основные метрологические характеристики метода приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений нормированной интенсивности излучения в спектрах возбуждения люминесценции $K_i(\lambda)$, усл.ед.	Относительное среднеквадратическое отклонение измерений нормированной интенсивности излучения на длине волны, соответствующей максимуму селективного спектра возбуждения люминесценции, δ_r, %	Предел повторяемости r, % при $n = 2$, $P = 0{,}95$	Относительное среднеквадратическое отклонение индекса соответствия* $\delta_р$, %	Уровень значимости, характеризующий достоверность идентификации спиртов, не более, α, %
0 — 1,00	5	14	10	0,05
* Установлено для ГСО 7390—97 состава этилового ректификованного спирта «Экстра».				

[1] Информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение приборов указанных фирм.

7 Контроль точности результатов измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта

7.1 Контроль относительной погрешности результатов измерения интенсивности излучения при возбуждении на длине волны, соответствующей максимуму селективного спектра возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, проводят не реже одного раза в месяц. Контроль проводят путем измерения интенсивности люминесценции образца этилового ректификованного спирта «Люкс» по [1], при возбуждении светом с длиной волны 230 нм и регистрации интенсивности люминесценции в интервале длин волн 338 ÷ 342 нм с шагом 1 нм.

Время накопления сигнала — 2 с, одно измерение — 10 с. Не изменяя длины волны возбуждения, повторяют измерение интенсивности люминесценции образца 26 раз. Относительную погрешность измерения интенсивности излучения вычисляют по формуле

$$\delta = \frac{1}{\langle I(\lambda_0)\rangle}\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{N}\left[I_j(\lambda_0)-\langle I(\lambda_0)\rangle\right]^2}{(N-1)}},\ \text{где}\ \langle I_n(\lambda_0)\rangle = \frac{\sum_{j=1}^{N} I_j(\lambda_0)}{N},\quad N = 26,\quad \lambda_0 = 340\ \text{нм}. \qquad (1)$$

Результат контроля признается удовлетворительным, если выполняется условие $\delta \le 5\ \%$.

7.2 Контроль относительной погрешности результатов измерения интенсивности излучения в селективном спектре возбуждения люминесценции этилового ректификованного спирта из пищевого сырья при сканировании в диапазоне от 200 до 300 нм проводят не реже одного раза в месяц. Контроль проводят путем измерения интенсивности селективного спектра возбуждения люминесценции образца этилового ректификованного спирта сорта «Люкс» по [1] при регистрации интенсивности люминесценции на длине волны 340 нм с шагом 1 нм. Время накопления сигнала — 2 с, одно измерение — 210 с. Процесс измерения повторяют 5 раз. Относительную погрешность измерения интенсивности излучения вычисляют по формуле

$$\delta = \frac{1}{\langle I(\lambda)\rangle}\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{26}\left[I_j(\lambda)-\langle I(\lambda)\rangle\right]^2}{N-1}},\ \text{где}\ \langle I_n(\lambda_0)\rangle = \frac{\sum_{j=1}^{26} I_j(\lambda)}{N},\ N = 5. \qquad (2)$$

Результат контроля признается удовлетворительным, если выполняется условие $\delta \le 15\ \%$.

8 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения повторяемости значения индекса соответствия *i* по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) с применением контрольных карт Шухарта. Данными для контрольной карты являются значения индекса соответствия *i* параллельных определений для 20—30 испытанных образцов этилового ректификованного спирта. Первую серию измерений (20—30 пар параллельных определений) используют для расчета величины стандартного отклонения повторяемости G_r (т.е. $S_r = G_r$).

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и по ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

9 Требования безопасности

При проведении измерений на спектрофлуориметре следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и требования инструкций по эксплуатации приборов;
- требования пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие квалификацию не ниже техника, изучившие инструкцию по эксплуатации спектрофлуориметра, требования безопасности, прошедшие обучение и освоившие метод выполнения измерений.

Библиография

[1] ТУ 9182-087-00334586—2007 Стандартные образцы (ОСО). Реактивы типовые

УДК 663.5.543.06:006.354
661.722:543.06:006.354
ОКС 67.160.10
71.080.60
Н79
Л29
ОКСТУ 9107
9109
2401

Ключевые слова: этиловый спирт, определения, идентификация спиртов, люминесцирующие примеси, селективный спектр возбуждения люминесценции, отбор проб, метод измерения, интенсивность излучения, индекс соответствия, погрешность, достоверность

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 02.09.2008. Подписано в печать 23.09.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 413 экз. Зак. 1149.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru