

ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический метод
определения подлинности

Издание официальное

ГОСТ Р 51786—2001

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликероводочная продукция», Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии (ВНИИПБТ), Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхоза РФ

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 31 июля 2001 г. № 303-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Поправка к ГОСТ Р 51786—2001 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. После последнего абзаца	—	Метод применяют для исследовательских работ и накопления статистических данных о наличии токсичных микропримесей, не характерных для водки и этилового спирта из пищевого сырья.
Пункт 4.8	<p>4.8 Оценка результатов измерений</p> <p>Присутствие в анализируемых образцах спирта таких веществ как этиловый эфир, ацетон, 2-бутион, изобутилацетат, 2-бутилол, этилбутират, кротональдегид, 1-пентанол, 1-гексанол, бензиловый спирт, бензальдегид, 2-фенилэтанол, (смотри хроматограмму на рисунке 1) или одного из них дает основание идентифицировать этот спирт как не пищевой или пищевой, полученный с нарушением технологических режимов производства спирта и непригодный для производства ликероводочной продукции. Наличие вышеуказанных веществ в анализируемых образцах водки дает основание считать, что данная водка приготовлена из спирта, непригодного для ее производства или с нарушением технологии ликероводочного производства. При наличии диэтилфталата спирт является денатурированным и непригодным для производства водок.</p>	4.8

Продолжение

В каком месте	Напечатано	Должно быть
	<p>При разногласиях в оценке результатов идентификации микропримесей или обнаружении пиков неизвестных веществ, не характерных для этилового спирта (из пищевого сырья) и не определяемых настоящим методом, идентификацию проводят методом хромато-масс-спектрометрии по [18].</p>	

(ИУС № 9 2008 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический метод определения подлинности

Vodka and ethanol from food raw material.
Gas-chromatographic method for determination of authenticity

Дата введения 2002—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водку и этиловый спирт из пищевого сырья (далее — водка и спирт) и устанавливает газохроматографический метод определения их подлинности по содержанию токсичных микропримесей: сивушного масла (2-бутанола, 1-пентанола, 1-гексанола), кротональдегида, кетонов (ацетона и 2-бутанона), ароматических спиртов (бензилового и 2-фенилэтанола), ароматического альдегида (бензальдегида), этилового эфира, диэтилфталата.

Метод предусматривает одновременное определение содержания токсичных микропримесей, характерных для водки и спирта: метилового спирта, сивушного масла (2-пропанола, 1-пропанола, изобутилового спирта, 1-бутанола, изоамилового спирта), уксусного альдегида, сложных эфиров (метилацетата, этилацетата).

Диапазон измеряемых объемных долей метилового спирта составляет от 0,0001 до 0,1 %, массовых концентраций остальных токсичных микропримесей — от 0,5 до 1000 мг/дм³.

Метод применяют для исследовательских работ и накопления статистических данных о наличии токсичных микропримесей, не характерных для водки и спирта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 157—78 Бензальдегид. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 5363—93 Водка. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 5830—79 Спирт изоамиловый. Технические условия

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

ГОСТ 6016—77 Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8751—72 Спирт бензиловый. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидккий. Технические условия

ГОСТ Р 51786—2001

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29224—91 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные
стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия

3 Отбор проб и подготовка образцов

3.1 Отбор проб для анализа водки — по ГОСТ 5363; для анализа спирта — по ГОСТ 5964.

3.2 Готовят образец водки или спирта. Для этого из одной бутылки водки или спирта, направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 см³, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 1 см³ вносят 1 см³ продукта.

3.3 Для проведения контроля воспроизводимости объем отобранный пробы, направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и готовят два параллельных образца водки или спирта по 3.2.

3.4 Анализ образца водки или спирта проводят по 4.4.3.

4 Метод измерений

4.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении микропримесей в образце водки или спирта и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором. Продолжительность анализа не более 45 мин. Заключение о подлинности водки или спирта делают в зависимости от присутствия на хроматограмме анализа таких веществ, как этиловый эфир, ацетон, 2-бутанон, 2-бутанол, кротональдегид, 1-пентанол, 1-гексанол, бензиловый спирт, бензальдегид, 2-фенилэтанол, диэтилфталат.

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более 5·10⁻¹² гС/с.

Микрошиприц вместимостью 1 мм³, 5 мм³ и 10 мм³.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Пипетка 3-1-1-0,5 по ГОСТ 29227.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1°C, пределы измерения 0 — 55 °C по ГОСТ 29224.

Микровиалы вместимостью 2 см³ с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

Колонка газохроматографическая капиллярная HP-FFAP (США) 50 м×0,32 мм×0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

Компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение.

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

Вода дистилированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ Р 51652.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Бензальдегид по ГОСТ 157.

Спирт бензиловый по ГОСТ 8751.

Альдегид уксусный технический [1].

Эфир этиловый технический [2].

Кротональдегид для хроматографии, ч. [3].

Метилацетат (метиловый эфир уксусной кислоты), ч. [4].

Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты) для хроматографии, х. ч. [5].

Метанол-яд для хроматографии, х. ч. [6].

1-Пропанол для хроматографии х. ч. [7].

2-Пропанол для хроматографии, х. ч. [8].

1-Бутанол для хроматографии, х. ч. [9].

2-Бутанол для хроматографии, х. ч. [10].

1-Пентанол для хроматографии, х. ч. [11].

2-Бутанон (метилемтилкетон) для хроматографии, х. ч. [12].

1-Гексанол, ч. [13].

2-Фенилэтанол [14].

Дизтилфталат [15].

Газ-носитель-азот о. ч. по ГОСТ 9293. Допускается использовать генераторы азота.

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

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

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

4.3 Подготовка к выполнению измерений

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

4.3.2 Кондиционирование капиллярной колонки

4.3.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью $0,048 - 0,066 \text{ дм}^3/\text{ч}$ при температуре термостата колонок 180°C в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

4.3.2.2 Перед проведением анализа по идентификации водки или спирта проводят кондиционирование колонки при температуре термостата колонок 220°C до стабилизации нулевой линии.

4.3.3 Приготовление градуировочных смесей

4.3.3.1 Прибор градуируют по искусственным смесям методом абсолютной градуировки.

4.3.3.2 При отсутствии готовых аттестованных градуировочных смесей определяемых веществ в водке или спирте их готовят из веществ массовой долей основного вещества не менее 98 % и этилового ректифицированного спирта или водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 %, используемых в качестве растворителей.

Градуировочная смесь должна содержать следующие вещества: этиловый эфир, уксусный альдегид, ацетон, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-бутанон, 2-пропанол, 2-бутанол, 1-пропанол, кротональдегид, изобутиловый спирт, 1-бутанол, изоамиловый спирт, 1-пентанол, 1-гексанол, бензальдегид, бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, дизтилфталат.

4.3.3.3 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,1 %

4.3.3.3.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 этилового ректифицированного спирта и пипетками вместимостью $0,5 \text{ см}^3$ вносят по $0,1 \text{ см}^3$ каждого вещества.

4.3.3.3.2 Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки этиловым ректифицированным спиртом и выдерживают при 20°C в течение 25 мин.

4.3.3.3.3 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и пипетками вместимостью $0,5 \text{ см}^3$ вносят по $0,1 \text{ см}^3$ каждого вещества.

4.3.3.3.4 Содержание колбы перемешивают, доводят до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и выдерживают при 20°C в течение 25 мин.

4.3.3.4 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,01 %

4.3.3.4.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 этилового ректифицированного спирта и пипетками вместимостью 10 см^3 вносят по 10 см^3 градуировочной смеси

ГОСТ Р 51786—2001

объемной долей веществ 0,1 %, приготовленной по 4.3.3.3.1, и раствора уксусного альдегида объемной долей 0,1 %, приготовленного по ГОСТ 4212. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.2.

4.3.3.4.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и пипетками вместимостью 10 см³ вносят по 10 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,1 %, приготовленной по 4.3.3.3.3, и раствора уксусного альдегида объемной долей 0,1 %, приготовленного по ГОСТ 4212. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.4.

4.3.3.5 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,001 %

4.3.3.5.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,01 %, приготовленной по 4.3.3.4.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.2.

4.3.3.5.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,01 %, приготовленной по 4.3.3.4.2. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.4.

4.3.3.6 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,0001 %

4.3.3.6.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.5.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.2.

4.3.3.6.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.5.2. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.4.

4.3.3.7 Приготовление градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу.

4.3.3.8 Градуировочную смесь хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде.

Срок хранения — 6 мес.

4.4 Выполнение измерений

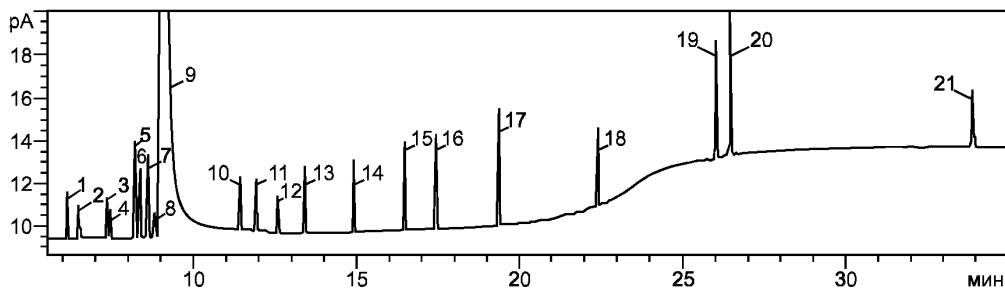
4.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура детектора, °С	220 — 250
температура испарителя (инжектора), °С	120 — 200
начальная температура термостата, °С	70
выдержка, мин.	8,5
скорость нагрева до температуры 220 °С, °С/мин.....	15
выдержка, мин.	15
коэффициент деления потока	40:1
газ-носитель	азот сжатый
скорость потока газа-носителя, дм ³ /ч	0,048—0,072
скорость потока воздуха, дм ³ /ч	18
скорость потока водорода, дм ³ /ч	1,8
объем пробы, мм ³	0,5 — 1

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

4.4.2 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций. Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси представлена на рисунке 1.



1 — этиловый эфир; 2 — уксусный альдегид; 3 — ацетон; 4 — метилацетат; 5 — этилацетат; 6 — метанол; 7 — 2-бутанон; 8 — 2-пропанол; 9 — этанол; 10 — 2-бутанол; 11 — 1-пропанол; 12 — кротональдегид; 13 — изобутиловый спирт; 14 — 1-бутанол; 15 — изоамиловый спирт; 16 — 1-пентанол; 17 — 1-гексанол; 18 — бензальдегид; 19 — бензиловый спирт; 20 — 2-фенилэтанол; 21 — диэтилфталат

Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой HP-FFAP

Градуированную характеристику получают, обрабатывая при помощи программного обеспечения полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов.

Для пересчета объемной доли X , %, определяемого вещества градуировочной смеси в массовую концентрацию, c , мг/дм³, используют формулу

$$c = X \cdot 10000 \cdot \rho, \quad (1)$$

где ρ — плотность данного вещества, г/см³.

Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

4.4.3 Анализ образца

Перед проведением анализа образца проводят «холостой» анализ (без ввода образца) в условиях, указанных в 4.4.1. При наличии пиков проводят кондиционирование колонки по 4.3.2.2.

В испаритель (инжектор) микрошлипцирем вместимостью 10 мм³, 5 мм³ или 1 мм³ вводят 1 мм³ образца водки или спирта и выполняют хроматографическое разделение смеси в условиях, указанных в 4.4.1.

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси.

Проводят два параллельных анализа образца.

4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора, в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать норматив оперативного контроля сходимости d , значения которого приведены в таблице 1. Контроль сходимости выполняют в соответствии с 4.7.2.

4.5.2 Результаты измерений содержания микропримесей выражают:

- метилового спирта — объемная доля в пересчете на безводный спирт, %;
- альдегидов, кетонов, ароматических спиртов, эфиров (этилового, метилацетата, этилацетата), сивушного масла (2-пропанол, 1-пропанол, 2-бутанол, 1-бутанол, 1-пентанол, 1-гексанол, изобутиловый и изоамиловый спирты), диэтилфталата в миллиграммах на кубический дециметр, в пересчете на безводный спирт.

При пересчете на безводный спирт результаты умножают на коэффициент пересчета Π , определяемый по формуле

$$\Pi = 100 : P, \quad (2)$$

где P — объемная доля этилового спирта в определяемом образце, %;

100 — объемная доля безводного спирта, %.

Результат определения содержания каждого токсичного вещества в водке и спирте этиловом представляют в виде

$$X \pm 0,01 \delta X \text{ и } c \pm 0,01 \delta c, \quad (3)$$

где X — объемная доля в пересчете на безводный спирт, %;

c — массовая концентрация в пересчете на безводный спирт, мг/дм³;

δ — границы относительной погрешности измерения объемной доли или массовой концентрации каждого токсичного вещества, %.

Если полученный результат анализа менее нижней границы диапазона измеряемых содержаний, то в протоколах указывают полученный результат определяемых содержаний данного вещества по данному методу.

4.6 Характеристики погрешности измерений

4.6.1 Границы относительной погрешности в процентах измерения массовой концентрации или объемной доли микропримесей в водке или спирте при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Норматив оперативного контроля		
		сходимости $d_{n=2}$, при $P=0,95$, %	воспроизводимости $D_{m=2}$, при $P=0,95$, %	погрешности K при $P=0,90$, %
Сивушное масло: 2-пропанол, мг/дм ³ 1-пропанол, мг/дм ³ 2-бутанол, мг/дм ³ 1-бутанол, мг/дм ³ 1-гексанол, мг/дм ³ 1-пентанол, мг/дм ³ изобутиловый спирт, мг/дм ³ изоамиловый спирт, мг/дм ³ Сложные эфиры, мг/дм ³ : метилацетат этилацетат Этиловый эфир, мг/дм ³ Уксусный альдегид, мг/дм ³ Кротональдегид, мг/дм ³ Ароматический альдегид (бензальдегид), мг/дм ³ Ароматические спирты: бензиловый спирт, мг/дм ³ 2-фенилэтанол, мг/дм ³ Кетоны, мг/дм ³ : ацетон 2-бутанон Дизтилфталат, мг/дм ³	От 0,5 до 10,0 включ. Св. 10,0 » 1000 »	15 8	18 10	13 8,4
Метиловый спирт (объемная доля), %	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 » 0,01 » » 0,01 » 0,1 »	20 15 7	30 20 10	17 13 8,4

4.7 Оперативный контроль точности результатов измерений

4.7.1 Нормативы оперативного контроля точности результатов измерений — в соответствии с таблицей 1.

4.7.2 Контроль сходимости

4.7.2.1 Контроль сходимости d проводят при каждом измерении сравнением результатов двух параллельных определений содержания токсичных веществ в образце по 3.2 одной и той же пробы, выполненных в соответствии с настоящим стандартом одним исполнителем на одном и том же приборе.

Таблица 2

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Границы относительной погрешности δ , %
<p>Сивушное масло: 2-пропанол, мг/дм³ 1-пропанол, мг/дм³ 2-бутанол, мг/дм³ 1-бутанол, мг/дм³ 1-гексанол, мг/дм³ 1-пентанол, мг/дм³ изобутиловый спирт, мг/дм³, изоамиловый спирт, мг/дм³. Сложные эфиры, мг/дм³: метилацетат этилацетат Этиловый эфир, мг/дм³ Уксусный альдегид, мг/дм³ Кротональдегид, мг/дм³ Ароматический альдегид (бензальдегид), мг/дм³ Ароматические спирты, мг/дм³: бензиловый спирт 2-фенилэтанол Кетоны, мг/дм³: акетон 2-бутанон Дизтилфталат, мг/дм³</p>	От 0,5 до 10,0 включ. Св. 10,0 » 1000 »	±15 ±10
Метиловый спирт (объемная доля), %	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 » 0,01 » » 0,01 » 0,1 »	±20 ±15 ±10

4.7.2.2 Результаты контроля считают удовлетворительными при выполнении условий

$$\frac{200 | C_{il} - C_{i2} |}{| C_{il} + C_{i2} |} \leq d_i \text{ и } \frac{200 | X_1 - X_2 |}{| X_1 + X_2 |} \leq d, \quad (4)$$

где C_{il} , C_{i2} — результаты параллельных измерений содержания i -го вещества (кроме метилового спирта) в анализируемой пробе, полученные по 4.7.2.1, мг/дм³;

X_1 , X_2 — результаты параллельных измерений содержания метилового спирта в анализируемой пробе, полученные по 4.7.2.1, объемная доля метилового спирта, %;

d_i , d — нормативы оперативного контроля сходимости (таблица 1) для i -го вещества и метилового спирта, %.

Если условия не выполняются, эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

4.7.3 Контроль воспроизводимости

4.7.3.1 Контроль воспроизводимости D проводят, сравнивая результаты измерений содержания анализируемых веществ в двух образцах по 3.3 одной и той же пробы, выполненных в соответствии с настоящим стандартом разными исполнителями или одним исполнителем, но с использованием разных приборов.

4.7.3.2 Результаты контрольной процедуры считают удовлетворительными при выполнении условий

$$\frac{200 | \bar{C}_{il} - \bar{C}_{i2} |}{| \bar{C}_{il} + \bar{C}_{i2} |} \leq D_i \text{ и } \frac{200 | \bar{X}_1 - \bar{X}_2 |}{| \bar{X}_1 + \bar{X}_2 |} \leq D, \quad (5)$$

где \bar{C}_{il} , \bar{C}_{i2} — результаты измерений содержания i -го вещества (кроме метилового спирта) в анализируемой пробе, полученные по 4.7.3.1, мг/дм³;

\bar{X}_1, \bar{X}_2 — результаты измерений содержания метилового спирта в анализируемой пробе, полученные по 4.7.3.1, объемная доля метилового спирта, %;
 D_i, D — нормативы оперативного контроля воспроизводимости (таблица 1) для i -го вещества и метилового спирта, %.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

4.7.4 Контроль погрешности

4.7.4.1 Контроль погрешности K результатов измерений проводят с использованием в качестве образцов для контроля аттестованных смесей по 4.3.3 настоящего стандарта объемной долей анализируемых веществ 0,001 — 0,01 % (0,8 — 100 мг/дм³).

Образец для контроля анализируют в соответствии с настоящим стандартом.

4.7.4.2 Результаты контроля считают удовлетворительными при выполнении условий

$$\frac{100 \cdot |\bar{X} - X_0|}{X_0} \leq K \text{ и } \frac{100 \cdot |\bar{C}_i - C_{i0}|}{C_{i0}} \leq K_i, \quad (6)$$

где X_0 — объемная доля метилового спирта в образце для контроля, %;

\bar{C}_{i0} — массовая концентрация i -го вещества в образце для контроля, мг/дм³;

\bar{X}, \bar{C}_i — результаты измерений объемной доли метилового спирта, %, полученные по 4.7.4.1, и массовой концентрации, мг/дм³, i -го вещества;

K, K_i — нормативы оперативного контроля погрешности (таблица 1) для метилового спирта и i -го вещества, %.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

4.8 Оценка результатов измерений

Присутствие на хроматограмме анализа спирта таких веществ, как этиловый эфир, ацетон, 2-бутианол, 2-бутианон, кротональдегид, 1-пентанол, 1-гексанол, бензиловый спирт, бензальдегид, 2-фенилэтанол (смотри хроматограмму на рисунке 1) или одного из них дает основание идентифицировать этот спирт как непищевой и непригодный для производства ликероводочной продукции. Наличие вышеуказанных веществ на хроматограмме анализа водки дает основание считать, что данная водка приготовлена из спирта, непригодного для ее производства. При наличии диэтилфталата спирт является денатурированным и непригодным для производства водок.

5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе следует соблюдать:

- правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением [16];
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора;

- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

- [1] ТУ 38.402-62-148—94 Алдегид уксусный технический
- [2] ТУ 7506804-97—90 Эфир этиловый технический
- [3] ТУ 6-09-14-2254—87 Кротональдегид для хроматографии
- [4] ТУ 6-09-300—87 Метилацетат
- [5] ТУ 6-09-667—76 Этилацетат
- [6] ТУ 6-09-1709—77 Метанол-яд для хроматографии
- [7] ТУ 6-09-783—76 1-Пропанол для хроматографии
- [8] ТУ 6-09-4522—77 2-Пропанол для хроматографии
- [9] ТУ 6-09-4708—77 1-Бутанол для хроматографии
- [10] ТУ 6-09-664—76 2-Бутанол для хроматографии
- [11] ТУ 6-09-4243—76 1-Пентанол для хроматографии
- [12] ТУ 6-09-782—76 2-Бутанон для хроматографии
- [13] ТУ 6-09-3487—99 1-Гексанол
- [14] ТУ 6-09-14-1320—75 2-Фенилэтанол
- [15] ТУ 64-19-134—91 Диэтилфталат
- [16] ПБ-10-115—96 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором России 18.04.95

Ключевые слова: водка, этиловый эфир, уксусный альдегид, ацетон, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-бутил, 2-пропанол, этиловый спирт, 2-бутил, 1-пропанол, кротональдегид, изобутиловый спирт, 1-бутил, изоамиловый спирт, 1-пентанол, 1-гексанол, бензальдегид, бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, диэтилфталат, градуировочная смесь, хроматограмма анализа, газохроматографический метод

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 14.08.2001. Подписано в печать 11.09.2001. Усл.печл. 1,40. Уч.-изд.л. 1,20.
Тираж 900 экз. С 2001. Зак. 833.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 1 ГОСТ Р 51786—2001 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24.09.2004 № 16-ст

Дата введения 2005—03—01

Раздел 1. Первый абзац после слов «этилового эфира,» дополнить словами: «сложных эфиров (изобутилацетата, этилбутириата)»;

второй абзац после слов «метилового спирта» дополнить словом: «(метанолом)»;

последний абзац исключить.

Раздел 2. Исключить ссылку:

«ГОСТ 29227—91 (ИСО 835—1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»;

дополнить ссылками:

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

ГОСТ Р ИСО 5725—1—2002 Точность (правильность и пресцизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

ГОСТ Р ИСО /МЭК 17025—2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 51698—2000 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции:

«3.3 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранный пробы, направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят образец водки или спирта по 3.2».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении микропримесей в образце водки или спирта и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором. Продолжительность анализа 45 мин».

Пункт 4.2 дополнить абзацами (после третьего):

«Колба 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2-2-100 по ГОСТ 29169»;

исключить абзацы:

(Продолжение см. с. 42)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

«Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 3-1-1-0,5 по ГОСТ 29227»;

после абзаца «Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169» дополнить абзацами:

«Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 25—200 мм³, номер по Госреестру средств измерений № 19847—00.

Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 0,5—10 мм³, номер по Госреестру средств измерений № 19847—00»;

после абзаца «Диэтилфталат [15]» дополнить абзацами:

«Изобутилацетат (изобутиловый эфир уксусной кислоты) [16].

Этилбутират (этиловый эфир масляной кислоты) [17]»;

последний абзац после слов «Допускается применение» дополнить словом: «других».

Подпункт 4.3.3.2. Второй абзац после слова «2-пропанол» дополнить словом: «изобутилацетат»; после слова «1-пропанол» дополнить словом: «этилбутират».

Подпункты 4.3.3.3—4.3.3.7 изложить в новой редакции (подпункт 4.3.3.8 исключить):

«4.3.3.3 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,001%

4.3.3.3.1 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ наливают 250 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и микродозатором вносят 0,1 см³ мстанола и по 0,01 см³ каждого чистого вещества, меняя наконечники перед отбором каждого вещества. Затем в эту же колбу пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 7,8 см³ раствора уксусного альдегида с массовой концентрацией 1 г/дм³, приготовленного по ГОСТ 4212 на водно-спиртовом растворе объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 %.

4.3.3.3.2 Содержимое колбы доводят до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 %, перемешивают и выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин.

4.3.3.3.3 Градуировочная смесь для анализа спирта

В колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ наливают 250 см³ этилового ректифицированного спирта и микродозатором вносят 0,1 см³ мстанола и по 0,01 см³ каждого чистого вещества, меняя наконечники перед отбором каждого вещества. Затем в эту же колбу пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 7,8 см³ раствора уксусного альдегида с массовой концентрацией 1 г/дм³, приготовленного по ГОСТ 4212 на этиловом ректифицированном спирте.

4.3.3.3.4 Содержимое колбы доводят до метки этиловым ректифицированным спиртом, перемешивают, выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин.

(Продолжение см. с. 43)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

4.3.3.4 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,0005 %

4.3.3.4.1 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ наливают 250 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и колбой вместимостью 500 см³ количественно переносят 500 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.2.

4.3.3.4.2 Градуировочная смесь для анализа спирта

В колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ наливают 250 см³ этилового ректифицированного спирта и колбой вместимостью 500 см³ количественно переносят 500 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.3. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.4.

4.3.3.5 Приготовление градуировочных смесей объемной долей веществ 0,0001 %

4.3.3.5.1 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ наливают 250 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и пипеткой вместимостью 100 см³ вносят 100 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.2.

4.3.3.5.2 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ наливают 250 см³ этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 100 см³ вносят 100 см³ градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.3. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.4.

4.3.3.6 Приготовление градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу.

4.3.3.7 Градуировочную смесь хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде. Срок хранения — 6 мес».

Подпункт 4.4.1 после слов «начальная температура термостата» дополнить словом: «колонок»;

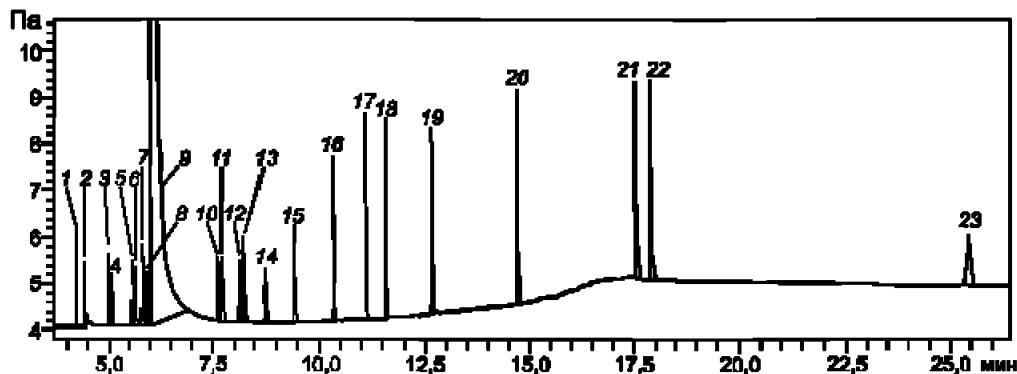
после слов «скорость нагрева» дополнить словами: «термостата колонок»;

для параметра «коэффициент деления потока» заменить значение: 40:1 на 30:1;

(Продолжение см. с. 44)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

рисунок I и подрисуночную подпись изложить в новой редакции (кроме наименования):



1 — этиловый эфир; 2 — уксусный альдегид; 3 — ацетон; 4 — метилацетат; 5 — этилацетат; 6 — метанол; 7 — 2-бутанон; 8 — 2-пропанол; 9 — этанол; 10 — изобутилацетат; 11 — 2-бутил; 12 — 1-пропанол; 13 — этилбутират; 14 — кротональдегид; 15 — изобутиловый спирт; 16 — 1-бутил; 17 — изоамиловый спирт; 18 — 1-пентанол; 19 — 1-гексанол; 20 — бензальдегид; 21 — бензиловый спирт; 22 — 2-фенилэтанол; 23 — диэтилфталат».

Подпункт 4.4.2. Формулу (1). Экспликацию дополнить абзацем:
«10000 — множитель для пересчета объемной доли, %, в массовую концентрацию, мг/дм³».

Подпункт 4.4.3. Третий абзац дополнить словами: «Считают, что вещество отсутствует в анализируемом образце водки или спирта, если отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума не превышает значение 2:1»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Образцы анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725—1».

Подпункт 4.5.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Диапазоны измеряемых массовых концентраций определяемых токсичных веществ и объемных долей метилового спирта, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности метода приведены в таблице I»;

таблицу I изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 45)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

Таблица I

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_r , %	Предел повторяемости r_1 , r_2 , % ($P=0,95$, $n=2$)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_E , %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, % ($P = 0,95$)
Сивушное масло:	От 0,5 до 10 включ.	5	15	7	15
2-пропанол, мг/дм ³	Св. 10 → 1000 →	4	10	5	10
1-пропанол, мг/дм ³	То же	То же	То же	То же	То же
2-бутанол, мг/дм ³	»	»	»	»	»
1-бутанол, мг/дм ³	»	»	»	»	»
1-тексанол, мг/дм ³	»	»	»	»	»
1-пентанол, мг/дм ³	»	»	»	»	»
изобутиловый спирт, мг/дм ³	»	»	»	»	»
изоамиловый спирт, мг/дм ³	»	»	»	»	»
Сложные эфиры:					
метилацетат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
этилацетат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
изобутилацетат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
этилбутират, мг/дм ³	»	»	»	»	»

(Продолжение см. с. 46)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

Окончание таблицы 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_r , σ_{r_i} , %	Предел повторяемости r, r_i , % ($P=0,95, n=2$)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_R , σ_{R_i} , %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, % ($P = 0,95$)
Этиловый эфир, мг/дм ³	От 0,5 до 10 включ. Св. 10 → 1000 →	5 4	15 10	7 5	15 10
Уксусный альдегид, мг/дм ³	То же	То же	То же	То же	То же
Кротональ-дегид, мг/дм ³	»	»	»	»	»
Ароматический альдегид: (бензальдегид), мг/дм ³	»	»	»	»	»
Ароматические спирты: бензиловый спирт, мг/дм ³	»	»	»	»	»
2-фенилэтанол, мг/дм ³	»	»	»	»	»
Кетоны: ацетон, мг/дм ³	»	»	»	»	»
2-бутион, мг/дм ³	»	»	»	»	»
Диэтилфталат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
Метиловый спирт, объемная доля, %	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 → 0,01 → → 0,01 → 0,1 →	7 5 4	20 15 10	10 6 5	20 15 10

* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.

(Продолжение см. с. 47)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

Пункт 4.5 дополнить подпунктом — 4.5.1а:

«4.5.1а За результат измерений принимают среднесарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации *i*-го вещества или объемной доли метилового спирта, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле (1а):

$$\frac{2 \cdot |C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \leq r_i \quad \text{и} \quad \frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (1\alpha)$$

где 2 — количество параллельных определений;

C_{i1} , C_{i2} — результаты параллельных определений массовой концентрации *i*-го вещества (кроме метилового спирта) в анализируемой пробе, мг/дм³;

X_1 , X_2 — результаты параллельных определений объемной доли метилового спирта в анализируемой пробе, %;

r_i , r — значения предела повторяемости *i*-го вещества и метилового спирта определяют по таблице 1, %;

100 — множитель для пересчета в проценты.

Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 4.4.3».

Подпункт 4.5.2. Заменить слово: «этилацетата» на «этилацетата, изобутилацетата, этилбутират»;

третий, четвертый абзацы исключить.

Пункт 4.5 дополнить подпунктом — 4.5.3:

«4.5.3 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

C_{icp} , мг/дм³, $P = 0,95, \pm \delta$;

X_{cp} , объемная доля, %, $P = 0,95, \pm \delta$,

где C_{icp} — среднесарифметическое из результатов измерений массовой концентрации *i*-го вещества (кроме метилового спирта), признанных приемлемыми, мг/дм³;

X_{cp} — среднесарифметическое из результатов измерений объемной доли метилового спирта, признанных приемлемыми, %;

$\pm \delta$ — границы относительной погрешности, %, определяют по таблице 1.

В случае, если содержание компонента ниже [при выполнении условия: отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума, превышающему значение 2:1], или выше границ диапазона измерений, установленных таблицей 1, результаты представляют в виде $C_{icp} < 0,5$ мг/дм³ или $C_{icp} > 1000$ мг/дм³ — для массовой концентрации *i*-го компонента и $X_{cp} < 0,0001$ % или $X_{cp} > 0,1$ % — для объемной доли метилового спирта».

(Продолжение см. с. 48)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

Пункт 4.6, подпункт 4.6.1 изложить в новой редакции; дополнить подпунктами — 4.6.2, 4.6.3:

«4.6 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости»

4.6.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместности результатов анализа, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

4.6.2 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы по 3.1, оставленные на хранение.

4.6.3 Приемлемость результатов анализа, полученных в двух лабораториях в соответствии с 4.4.3 и 4.5, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ или $CD_{0,99}$ по формуле (3):

$$|C_{icp1} - C_{icp2}| \leq CD_{0,95} \quad \text{и} \quad |X_{cp1} - X_{cp2}| \leq CD_{0,95}, \quad (3)$$

где C_{icp1} , C_{icp2} — средние значения массовой концентрации i -го вещества, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, мг/дм³;

X_{cp1} , X_{cp2} — средние значения объемной доли метилового спирта, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, %;

$CD_{0,95}$ и $CD_{0,99}$ — значения критической разности для массовой концентрации i -го вещества, мг/дм³, и объемной доли метилового спирта, %, вычисляют по формуле (3а):

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot C_{icp1,2} \sqrt{\sigma_R^2 + \sigma_{ri}^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} \quad \text{и}$$
$$CD_{0,99} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot X_{cp1,2} \sqrt{\sigma_R^2 + \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (3a)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ Р ИСО 5725—6;

0,01 — множитель для перехода от процентов к абсолютным значениям массовой концентрации или объемной доли;

σ_{ri} , σ_r — показатели воспроизводимости i -го вещества и метилового спирта определяют по таблице I, %;

(Продолжение см. с. 49)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

σ_i , σ_r — показатели повторяемости i -го вещества и метилового спирта определяют по таблице 1, %;

n_1 , n_2 — число единичных результатов (параллельных определений) в первой и второй лабораториях;

$C_{cp1,2}$ — среднарифмическое значение массовой концентрации i -го вещества, полученное в первой и второй лабораториях, мг/дм³, вычисляют по формуле (36);

$X_{cp1,2}$ — среднарифмическое значение объемной доли метилового спирта, полученное в первой и второй лабораториях, %, вычисляют по формуле (36):

$$C_{cp1,2} = \frac{C_{cp1} + C_{cp2}}{2} \quad \text{и} \quad X_{cp1,2} = \frac{X_{cp1} + X_{cp2}}{2}. \quad (36)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, приводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их общее среднее значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725—6. При разногласиях руководствуются 5.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725—6».

Пункт 4.7 изложить в новой редакции; подпункты 4.7.1—4.7.4.2 исключить:

«4.7 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725—6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725—6 с применением контрольных карт Шухарта (пример построения их приведен в ГОСТ Р 51698, приложение В). При неудовлетворительных результатах контроля: например превышение предела действия или регулярном превышении предела предупреждения выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть установлены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (4.2) и ГОСТ Р 8.563 (7.1.1)».

Пункт 4.8 изложить в новой редакции:

«4.8 Оценка результатов измерений

Присутствие в анализируемых образцах спирта таких веществ как этиловый эфир, ацетон, 2-бутанон, изобутилацетат, 2-бутилол, этилбутират, кротональдегид, 1-пентанол, 1-гексанол, бензиловый спирт, бен-

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

зальдегид, 2-фенилэтанол (смотри хроматограмму на рисунке 1) или одного из них дает основание идентифицировать этот спирт как не пищевой или пищевой, полученный с нарушением технологических режимов производства спирта и непригодный для производства ликероводочной продукции. Наличие вышесказанных веществ в анализируемых образцах водки дает основание считать, что данная водка приготовлена из спирта, непригодного для ее производства или с нарушением технологии ликероводочного производства. При наличии диэтилфталата спирт является денатурированным и непригодным для производства водок.

При разногласиях в оценке результатов идентификации микропримесей или обнаружении пиков неизвестных веществ, не характерных для этилового спирта (из пищевого сырья) и не определяемых настоящим методом, идентификацию проводят методом хромато-масс-спектрометрии по [18].

Раздел 5. Заменить ссылку: [16] на [19].

Приложение А. Библиография. Позицию [16] изложить в новой редакции:

«[16] ТУ 6—09—701—84 Изобутилацетат»;

дополнить позициями — [17] — [19]:

«[17] ТУ 6—09—18—29—86 Этилбутират

[18] М 10—26243—03 Идентификация летучих органических примесей в продуктах и полупродуктах спиртового и ликероводочного производства методом хромато-масс-спектрометрии.

Утверждена Департаментом пищевой перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхоза России 23.06.2003 г.

[19] ПБ 03—576—03 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором России. М.: Изд-во ГУП «Научно-технический центр по безопасности промышленности Госгортехнадзора России», 2003 г.».

Библиографические данные дополнить кодом ОКС: 71.080.60;
ключевые слова изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 51)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ Р 51786—2001)

«Ключевые слова: этиловый эфир, уксусный альдегид, ацетон, метилацетат, этилацетат, метиловый спирт (метанол), 2-бутанон, 2-пропанол, этиловый спирт из пищевого сырья, изобутилацетат, 2-бутанол, 1-пропанол, этилбутират, кротональдегид, изобутиловый спирт, 1-бутанол, изоамиловый спирт, 1-пентанол, 1-гексанол, бензальдегид, бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, диэтилфталат, градуировочная смесь, хроматограмма анализа, газохроматографический метод, хромато-масс-спектрометрический метод».

(ИУС № 12 2004 г.)