

## Изменение № 1 ГОСТ Р 51135—2010 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16.05.2014 № 433-ст

Дата введения — 2015—01—01

Раздел 2 дополнить ссылками:

«ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 22524—77 Пикнометры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой».

Пункт 4.5 после слов «вместимостью 2000 см<sup>3</sup>» дополнить словами: «или сухую колбу вместимостью 1000—2000 см<sup>3</sup>».

Пункт 4.6 после слов «должны храниться» дополнить словами: «в течение двух месяцев».

Пункт 5.1.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 1-25-1, 1-50-1, 1-100-1, 1-200-1, 1-250-1, 1-500-1, 1-1000-1, 1-2000-1, 2-25-1, 2-50-1, 2-100-1, 2-200-1, 2-250-1, 2-500-1, 2-1000-1, 2-2000-1, 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-200-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2, 1-2000-2, 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2, 2-2000-2 по ГОСТ 1770»;

пятый абзац. Заменить слова: «Пипетка 1-2-2-5» на «Пипетки 2-2-2-5, 2-1-2-5, 3-2-2-5, 3-1-2-5».

Пункты 5.1.1, 5.2.1.1, 5.3.1.1, 5.3.4.1, 5.4.1.2, 5.5.1.1, 5.5.2.1, 5.6.1.1, В.3 (приложение В) дополнить абзацами:

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

Пункт 5.1.2. Шестой абзац изложить в новой редакции:

«Полноту налива определяют при температуре (20,0 ± 0,5) °С. При другой температуре учитывают поправку на температуру по [1] (таблицы 38, 39)».

Пункт 5.2.1. Наименование. Заменить слово: «**фотоэлетроколориметре**» на «**фотоэлектроколориметре**»;

заменить ссылки: [1], [2] на «и технологических инструкциях».

Подпункт 5.2.1.2. Перечисление а). Первый абзац. Заменить значение: «400 нм» на «413 нм».

Подпункт 5.2.1.3. Первый абзац после слов «дистиллированной водой.» изложить в новой редакции: «Размер кюветы и длина световой волны для измерения оптической плотности изделия в зависимости от его наименования указаны в рецептуре на каждый вид ликероводочного изделия, разработанного в соответствии с рецептурами и технологическими инструкциями»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Приведенную оптическую плотность  $D_{\text{прив}}$  сравнивают с предельно допустимыми значениями оптических плотностей, указанных в рецептурах и технологических инструкциях на каждый вид ликероводочного изделия»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Диапазон измерений оптической плотности регламентируется для каждого вида ликероводочного изделия, разработанного в соответствии с рецептурами и технологическими инструкциями».

Подпункт 5.3.1.1. Первый абзац. Заменить слова: «с ценой деления 0,1 °С» на «с ценой деления 0,1 %»; дополнить словами: «Предел основной допускаемой погрешности ареометров для спирта с диапазоном измерения объемной доли этилового спирта свыше 100 % и с пределами измерения объемной доли этилового спирта 0 % — 10 % и 1 % — 20 % — составляет 0,2 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 1-200-2, 1-250-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770»;

шестой абзац дополнить словами: «или 2-1-2-10»;

восьмой абзац. Заменить слова: «Цилиндры 1 50/350» на «Цилиндры 1 50/335».

Подпункт 5.3.1.2 дополнить абзацем (перед первым):

«Предварительную перегонку анализируемого ликероводочного изделия осуществляют при помощи лабораторной установки или с использованием автоматических перегонных устройств»;

четвертый абзац после слов «чтобы объем дистиллированной воды» дополнить словом: «не».

Подпункт 5.3.1.3. Заменить ссылку: [3] на [2].

Подпункт 5.3.1.4. Первый абзац. Исключить слова: «Расчеты при определении объемной доли этилового спирта для его учета выполняют до сотых долей процента, во всех остальных случаях — до десятых долей процента».

Подпункт 5.3.4.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 1-100-2, 1-200-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770»;

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Ареометр стеклянный для спирта типа АСП-1 по ГОСТ 18481 с диапазоном измерения объемной доли спирта 0 % — 10 %.

Пипетка 2-2-200 по ГОСТ 29169».

Подпункт 5.3.4.2 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Для проведения анализа пробу эмульсионного ликера разбавляют дистиллированной водой.

В мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> ликера, доводят объем до метки дистиллированной водой при температуре (20,0 ± 0,2) °С и перемешивают.

Перегонку спирта из полученной пробы ликера проводят по 5.3.1.2».

Подпункт 5.3.4.3. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Объемную долю этилового спирта в полученном дистилляте измеряют ареометром для спирта по 5.3.1.3»;

второй абзац исключить.

Пункт 5.3.4 дополнить подпунктом — 5.3.4.4:

«5.3.4.4 Обработка результатов

Обработку результатов проводят по 5.3.1.4 со следующим дополнением:

Окончательный результат умножают на коэффициент разведения, равный 2,0 или 2,5. Полученная величина соответствует крепости анализируемого ликера. Объемную долю этилового спирта в дистилляте, полученном при помощи автоматических электронных приборов, определяют по инструкции, приложенной к прибору».

Пункт 5.4 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Массовую концентрацию общего экстракта в ликероводочных изделиях определяют рефрактометрическим или пикнометрическим методом».

Подпункт 5.4.1.2. Пятый абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 1-200-2, 1-250-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770».

Подпункт 5.4.1.3. Первый абзац до слов «Объем колбы доводят» изложить в новой редакции:

«Содержимое колбы, оставшееся после перегонки спирта из анализируемого ликероводочного изделия (см. 5.3.1.2 и 5.3.4.2), переносят без потерь в мерную колбу вместимостью 200, 250 или 500 см<sup>3</sup>».

Подпункт 5.4.1.4 дополнить абзацем (перед первым):

«При определении массовой концентрации общего экстракта в эмульсионных ликерах окончательный результат умножают на коэффициент разведения, равный 2,0 или 2,5».

Пункт 5.4.3 изложить в новой редакции:

#### **«5.4.3 Пикнометрический метод**

5.4.3.1 Метод основан на определении относительной плотности анализируемого ликероводочного изделия и относительной плотности его дистиллята с последующим вычислением относительной плотности водного раствора экстракта.

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества.

5.4.3.2 Средства измерений, вспомогательные материалы и посуда

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,3 мг.

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

Секундомер.

Пикнометр стеклянный типа ПЖ 2 вместимостью 25 или 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 22524 или со стеклянными капиллярными воронками для наполнения.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная, дважды перегнанная (бидистиллят) по ГОСТ 4517.

## 5.4.3.3 Проведение анализа

Пикнометр тщательно промывают хромовой смесью, ополаскивают дистиллированной водой, высушивают до постоянной массы и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Пикнометр наполняют дистиллированной водой (бидистиллятом) температурой 19 °С — 21 °С немного выше метки, закрывают пробкой и погружают в водяную баню температурой (20,0 ± 0,2) °С так, чтобы уровень воды в бане немного превышал уровень воды в пикнометре. Через 20—30 мин, не вынимая пикнометр из бани, при температуре 20 °С устанавливают уровень воды так, чтобы нижний край мениска находился на одном уровне с меткой. Избыток воды в пикнометре отбирают полоской фильтровальной бумаги. Внутреннюю поверхность горловины пикнометра выше метки тщательно вытирают фильтровальной бумагой.

Пикнометр закрывают пробкой, вынимают из бани, досуха вытирают сухим полотенцем и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Наполнение пикнометра водой, установку уровня воды в нем и взвешивание проводят три—четыре раза, пока разница в массе будет не более 0,0030 г. Вычисляют среднеарифметическое значение массы пикнометра с водой.

Калибровку пикнометра следует проводить два раза в год.

Затем пикнометр освобождают от воды, ополаскивают два—три раза ликероводочным изделием и заполняют им пикнометр чуть выше метки.

Термостатирование, установку уровня раствора и взвешивание пикнометра проводят вышеописанным способом при температуре 20 °С.

Проводят не менее двух параллельных определений.

## 5.4.3.4 Обработка результатов

Относительную плотность ликероводочного изделия  $d_1 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}}$  вычисляют по формуле

$$d_1 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}} = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2}, \quad (3a)$$

где  $m_1$  — масса пикнометра с ликероводочным изделием или спиртовым дистиллятом, г;

$m_2$  — масса пустого пикнометра, г;

$m_3$  — масса пикнометра с водой, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до четвертого десятичного знака.

Абсолютное допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,1 %.

Границы относительной погрешности измерения  $\delta = \pm 0,14\%$  от измеряемой величины при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Массовую концентрацию общего экстракта вычисляют по относительной плотности водного раствора экстракта. Относительную плотность водного раствора экстракта  $d_3 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}}$  вычисляют по формуле

$$d_3 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}} = I + \left( d_1 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}} - d_2 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}} \right), \quad (36)$$

где  $I$  — относительная плотность воды;

$d_1 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}}$  — относительная плотность анализируемого ликероводочного изделия;

$d_2 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}}$  — относительная плотность спиртового дистиллята анализируемого ликероводочного изделия.

По значению относительной плотности водного раствора экстракта  $d_3 \frac{20\text{ °С}}{20\text{ °С}}$  находят массовую концентрацию общего экстракта  $c$ , г/100 см<sup>3</sup>, анализируемого изделия по таблице Б.1 приложения Б. Результат округляют до первого десятичного знака».

Подпункт 5.5.1.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допустимой абсолютной погрешности  $\pm 0,3$  мг»;

седьмой абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 1-50-1, 1-100-1, 1-200-1, 1-250-1, 1-500-1, 1-1000-1, 2-50-1, 2-100-1, 2-200-1, 2-250-1, 2-500-1, 2-1000-1, 1-50-2, 1-100-2, 1-200-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770»;

девятый абзац. Заменить слова: «Бюретки 1-2-25-0,1» на «Бюретки I-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251»;

десятый абзац изложить в новой редакции:

«Пипетки 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25 по ГОСТ 29169»;

одинадцатый абзац после обозначения «1-2-2-10,» дополнить обозначением: «1-2-2-20,»;

пятнадцатый абзац после слов «ч. д. а.» дополнить словами: «или х. ч.».

Подпункт 5.5.1.2. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Отдельно готовят раствор гидроокиси натрия: (103,20 ± 0,01) г гидроокиси натрия растворяют в 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Полученный раствор переливают в колбу, содержащую раствор виннокислого калия-натрия, содержимое перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой при температуре (20,0 ± 0,2) °С. Раствор снова перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр».

Подпункт 5.5.1.3. Перечисление а). Первый абзац. Исключить слова: «и нагревают до температуры 70 °С»;

перечисление б). Первый абзац исключить;

второй абзац изложить в новой редакции:

«В зависимости от содержания сахара в ликероводочном изделии проводят разбавление в соответствии с таблицей 3»;

таблица 3. Заменить наименование графы: «Коэффициент разбавления  $n$ » на «Общий коэффициент разбавления  $n$ ».

Подпункт 5.5.1.4. Первый абзац. Исключить слова: «нагревают до температуры 70 °С».

Подпункт 5.5.1.5. Формула (5). Экспликация. Третий абзац изложить в новой редакции:

« $n$  — общий коэффициент разбавления анализируемого изделия»;

предпоследний абзац после слова «знака» дополнить словами: «в интервале концентраций от 0,1 до 0,5 г/100 см<sup>3</sup> включительно и до первого десятичного знака для концентраций свыше 0,5 г/100 см<sup>3</sup>»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Контроль точности результатов измерений осуществляют с применением метода добавок. При этом анализируемое ликероводочное изделие разбавляют дистиллированной водой с таким расчетом, чтобы содержание сахара в разбавленном растворе составляло от 0,1 г/100 см<sup>3</sup> до 0,5 г/100 см<sup>3</sup>, а в качестве добавки используют рабочий раствор сахарозы массовой концентрацией 200 мг/100 см<sup>3</sup>, приготовленный по приложению В (пункт В.4.1). Оценку результатов измерений проводят по формуле (8)».

Подпункт 5.5.2.2. Перечисление б). Формула (6). Экспликация. Заменить обозначение: «г/100 см<sup>3</sup>» на «мг/100 см<sup>3</sup>».

Подпункт 5.5.2.4. Предпоследний абзац. Заменить слово: «первого» на «второго».

Подпункт 5.6.1.3. Предпоследний абзац изложить в новой редакции:

«Окончательный результат анализа округляют до второго десятичного знака в интервале концентраций от 0,1 до 0,5 г/100 см<sup>3</sup> включительно и до первого десятичного знака — для концентраций свыше 0,5 г/100 см<sup>3</sup>».

Приложение А. Пункт А.1 и таблицу А.1 исключить.

Приложение Д. Таблица Д.1. Наименование «Критическая разность для двух среднеарифметических значений результатов анализа, полученных в точном соответствии с методикой в двух лабораториях  $CD_{0,95}$ , г/100 см<sup>3</sup>» дополнить знаком сноски\*;

таблицы Д.2, Д.3. Наименование «Критическая разность  $CD_{0,95}$  для двух среднеарифметических значений результатов анализа, полученных в точном соответствии с методикой в двух лабораториях от их среднего значения, %» дополнить знаком сноски\*;

таблицы Д.1, Д.2, Д.3 дополнить сноской —\*:

«\*По величине критической разности оценивают совместимость окончательных результатов анализа, полученных в двух лабораториях в условиях воспроизводимости (при двух параллельных определениях в каждой в условиях повторяемости). Эту процедуру реализуют не реже одного раза в год (например, при сравнительных испытаниях, во время проведения аккредитации или инспекционного контроля);»

таблица Д.2. Наименование «Значение норматива контроля  $K$  при реализации контрольной процедуры для контроля погрешности результатов анализа с применением метода добавок и дополнительного разбав-

ления в условиях повторяемости (предел для систематической погрешности лаборатории при проведении измерений по методике), %» дополнить знаком сноски: \*\*;

таблицу Д.2 дополнить сноской —\*\*:

«\*\* Периодичность контроля с применением метода добавок — один раз в квартал».

Элемент «Библиография» изложить в новой редакции:

«Библиография

[1] Производственный технологический регламент на производство водок и ликероводочных изделий, утвержденный департаментом пищевой и ликероводочной промышленности и детского питания Минсельхозпрода РФ, 1999 г.

[2] Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах. М., Издательство стандартов, 1979 г.».

(ИУС № 8 2014 г.)