

Группа Н79

Изменение № 2 ГОСТ 5363—93 Водка. Правила приемки и методы анализа

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28.05.99)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3303

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Раздел «Содержание». Исключить слова: «Приложение 3. Проверка правильности определения объемной доли метилового спирта».

Раздел 2 дополнить ссылкой: «ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия».

Пункты 5.4—5.4.2.3 изложить в новой редакции:

«5.4 Метод определения объемной доли метилового спирта

Метод обеспечивает получение результатов анализа водки в диапазоне объемной доли метилового спирта от 0,01 до 0,05 % (в пересчете на безводный спирт) с абсолютной погрешностью, не превышающей 0,006 % (при $P = 0,95$).

Метод основан на окислении метилового спирта в среде ортофосфорной кислоты марганцовокислым калием до формальдегида, который обра-

(Продолжение см. с. 40)

зует с динатриевой солью хромотроповой кислоты соединение сиреневой окраски.

Интенсивность окраски измеряют на фотоэлектроколориметре.

5.4.1 Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более ± 10 мг.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный по НД.

Термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения 0—100 °С и ценой деления шкалы 0,1 или 0,5 °С.

Стандартные образцы. Растворы типовые с объемной долей метилового спирта 0,004, 0,012 и 0,02 % в 40 % спирте или 0,01, 0,03 и 0,05 % в пересчете на безводный спирт по НД [2].

Электроплитка по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Баня водяная.

Секундомер по НД.

Штатив для пробирок.

Пробирки вместимостью 25 см³ с пришлифованными стеклянными пробками по ГОСТ 25336.

Склянки из темного стекла вместимостью 500 см³.

Колбы 2—50—2, 2—100—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—1—2—1, 1—1а—2—1 и 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Бюретка 1—1—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Кислота серная по ГОСТ 24262, ос.ч., или по ГОСТ 4204, х.ч., выдерживающая пробу Савая.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч.д.а., х.ч.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, водный раствор с массовой долей 20 %.

Динатриевая соль хромотроповой кислоты 2-водная, ч.д.а. по НД [5], водный раствор с массовой долей 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использовать другие средства измерений, оборудование, материалы и реактивы, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

(Продолжение см. с. 41)

5.4.2 Подготовка к анализу

5.4.2.1 *Приготовление водного раствора марганцовокислого калия с массовой долей 1,5 % в кислой среде*

Навеску марганцовокислого калия ($1,50 \pm 0,01$) г растворяют при нагревании в водяной бане в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют $7,5 \text{ см}^3$ ортофосфорной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в темной склянке.

5.4.2.2 *Приготовление водного раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты с массовой долей 2 %*

Навеску динатриевой соли хромотроповой кислоты ($1,00 \pm 0,01$) г растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 50 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой при 20°C . При наличии нерастворимых частиц раствор фильтруют. Хранят в посуде с пришлифованной пробкой в холодильнике. Раствор, приготовленный по НД [5], хранят не более 5 сут; раствор, приготовленный из реактивов с содержанием основного вещества не ниже 95 % (например, фирмы «Fluka» и др.), хранят не более 14 сут.

5.4.2.3 *Приготовление водного раствора сернистокислого натрия с массовой долей 20 %*

Навеску сернистокислого натрия ($20,00 \pm 0,01$) г растворяют при температуре не выше 40°C в $70\text{—}80 \text{ см}^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3 , охлаждают до 20°C и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой».

Пункт 5.4.3 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 5.4.3.1—5.4.3.4:

«5.4.3 Проведение анализа

5.4.3.1 *Получение градуировочной характеристики типовых растворов по 5.4.1*

5.4.3.1.1 В пробирки с пришлифованной пробкой наливают по 2 см^3 раствора марганцовокислого калия, в каждую пробирку добавляют по $0,2 \text{ см}^3$ одного из типовых растворов, сразу же содержимое пробирок перемешивают и засекают время для выдержки в течение точно 3 мин, по окончании выдержки вносят по $0,4 \text{ см}^3$ сернистокислого натрия для обесцвечивания реакционной среды и перемешивают. Затем добавляют по 4 см^3 концентрированной серной кислоты, тотчас перемешивают и помещают примерно на 2 мин в баню с холодной водой для охлаждения до комнатной температуры, после чего в каждую пробирку наливают по $0,1 \text{ см}^3$ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты. Содержимое пробирок перемешивают и помещают в баню с кипящей водой на 5 мин.

(Продолжение см. с. 42)

Затем пробирки вынимают и охлаждают до комнатной температуры в бане с холодной водой. Оптическую плотность полученных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине световой волны 540 нм в сравнении с дистиллированной водой.

Анализ типового раствора проводят не менее трех раз.

5.4.3.1.2 Получают зависимость оптической плотности от объемной доли метилового спирта (градуировочную характеристику).

Объемную долю метилового спирта, $C_{\text{мет}}$, %, вычисляют по формуле

$$C_{\text{мет}} = MD - M_1,$$

где M и M_1 — коэффициенты, определяемые по экспериментальным данным методом наименьших квадратов, для каждой марки фотоэлектроколориметра и каждой партии применяемых реактивов;

D — оптическая плотность.

Градуировочную характеристику допускается представлять в виде графика, откладывая на оси ординат значения оптических плотностей, а на оси абсцисс — объемную долю метилового спирта.

5.4.3.2 *Исследование анализируемого образца водки*

5.4.3.2.1 Анализ проводят по 5.4.3.1.1, но вместо 0,2 см³ типового раствора используют 0,2 см³ анализируемого образца.

5.4.3.2.2 При разногласиях и в случае предельного содержания объемной доли метилового спирта в анализируемом образце по отношению к нормированному показателю в типовом растворе (0,03 или 0,05 %) испытание анализируемого образца необходимо проводить одновременно с построением градуировочной характеристики в виде графика при использовании одних и тех же реактивов, кипячения и охлаждения растворов в одной бане.

5.4.3.2.3 *Обработка результатов исследования анализируемого образца*

Объемную долю метилового спирта в водке находят по формуле (5.4.3.1.2) или градуировочному графику. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных оп-

(Продолжение см. с. 43)

ределений $C_{\text{мет. 1}}$ и $C_{\text{мет. 2}}$, если расхождение между ними не превышает норматив оперативного контроля сходимости d (таблица 5):
 $C_{\text{мет. 1}} - C_{\text{мет. 2}} \leq d$.

Таблица 5

Диапазон допускаемой объемной доли метилово- го спирта, % (в пересчете на безводный спирт)	Нормативы оперативного контроля объемной доли метилового спирта, %		
	Сходимость d , при $n = 2$, $P = 0,95$	Воспроизводи- мость D , при $m = 2$, $P = 0,95$	Погрешность K , при $P = 0,95$ (метод добавок)
0,010—0,050	0,003	0,006	0,009

5.4.3.3 Водки, содержащие добавки, подвергают перегонке. Полученный дистиллят используют для анализа.

5.4.3.4 Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до 40 % при температуре 20 °С».

Пункт 5.4.4 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 5.4.4.1, 5.4.4.2:

«5.4.4 *Контроль точности результатов*

5.4.4.1 *Оперативный контроль воспроизводимости*

Образцами для контроля являются пробы водки, отобранные по разделу 4.

Две параллельные пробы анализируют в точном соответствии с методикой (5.4.3), получая два результата $(\bar{C}_{\text{мет. 3}} - \bar{C}_{\text{мет. 4}})$ в условиях внутрилабораторной воспроизводимости, с применением разных партий реактивов, различных наборов мерной посуды, в разное время, разными лаборантами.

Расхождения между двумя результатами не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, D : $(\bar{C}_{\text{мет. 3}} - \bar{C}_{\text{мет. 4}} \leq D)$, который приведен в таблице 5.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

(Продолжение см. с. 44)

5.4.4.2 Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок. Отбирают две пробы анализируемого продукта. Одну пробу анализируют в точном соответствии с методикой (5.4.3) и получают результат анализа рабочей пробы $\bar{C}_{\text{мет. 5}}$. Во вторую пробу добавляют известное количество метилового спирта (содержание метилового спирта с добавкой не должно превышать верхней границы диапазона измерения). Пробы с добавкой анализируют по 5.4.3 и получают результат анализа $\bar{C}_{\text{мет. 6}}$, который считается удовлетворительным, если соблюдается усло-

вие: $\bar{C}_{\text{мет. 6}} - \bar{C}_{\text{мет. 5}} - X \leq K$,

где X — содержание добавки (объемная доля метилового спирта), %,

K — норматив оперативного контроля погрешности (таблица 5).

При смене реактивов проведение контроля погрешности обязательно. При превышении указанного норматива анализ повторяют с использованием другой реальной пробы. При повторном несоответствии полученных результатов нормативу погрешности K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их».

Приложение 3 исключить.

Приложение 4. Заменить ссылку: «[2] ТУ 10—00334586—39—93 Растворы типовые — СОП. Технические условия» на «[2] ТУ 9181—122—000080—64—97 Стандартные образцы (ОСО). Растворы типовые. Технические условия».

(ИУС № 10 1999 г.)