

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический метод определения подлинности

Издание официальное

БЗ 11—2000/349

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

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

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-фенилэтаноло), 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 жидкий. Технические условия

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 градуирован-
ные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный 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 отобранной 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-бутанол, 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 $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с.

Микрошприц 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°С, пределы измерения 0 — 55 °С по ГОСТ 29224.

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

Колонка газохроматографическая капиллярная НР-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 дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный 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].

Кронональдегид для хроматографии, ч. [3].

Метилацетат (метилловый 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 (метилэтилкетон) для хроматографии, х. ч. [12].

1-Гексанол, ч. [13].

2-Фенилэтанол [14].

Диэтилфталат [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 дм³/ч при температуре термостата колонок 180 °С 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 °С 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, кронональдегид, изобутиловый спирт, 1-бутанол, изоамиловый спирт, 1-пентанол, 1-гексанол, бензальдегид, бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, диэтилфталат.

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 шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ этилового ректифицированного спирта и пипетками вместимостью 0,5 см³ вносят по 0,1 см³ каждого вещества.

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

4.3.3.3.3 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и пипетками вместимостью 0,5 см³ вносят по 0,1 см³ 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 °С 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 шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ этилового ректифицированного спирта и пипетками вместимостью 10 см³ вносят по 10 см³ градуировочной смеси

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

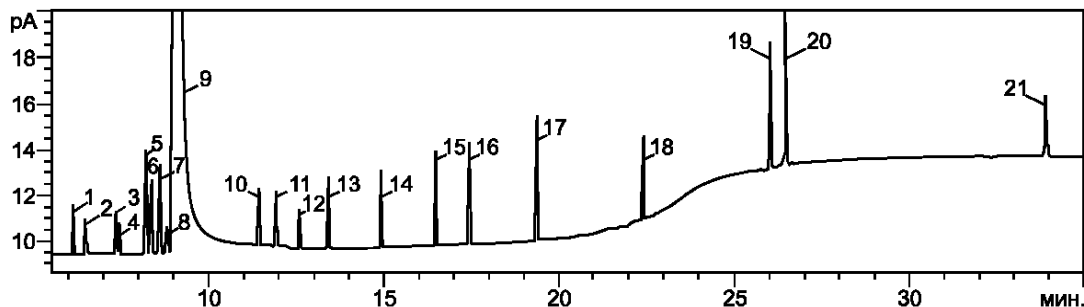
4.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

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-бутанол; 8 — 2-пропанол; 9 — этанол; 10 — 2-бутанол; 11 — 1-пропанол; 12 — кротоновый альдегид; 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

Градуировочную 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

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

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) микрошприцем 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, допустимое 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.

Т а б л и ц а 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Норматив оперативного контроля		
		сходимости d $n=2$, при $P=0,95$, %	воспроизводи- мости 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 Кроноальдегид, 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 Диэтилфталат, 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 , %
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 Кроноальдегид, мг/дм ³ Ароматический альдегид (бензальдегид), мг/дм ³ Ароматические спирты, мг/дм ³ : бензиловый спирт 2-фенилэтанол Кетоны, мг/дм ³ : ацетон 2-бутанон Диэтилфталат, мг/дм ³	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

$$\frac{200 | C_{i1} - C_{i2} |}{| C_{i1} + C_{i2} |} \leq d_i \text{ и } \frac{200 | X_1 - X_2 |}{| X_1 + X_2 |} \leq d, \quad (4)$$

где C_{i1}, 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

$$\frac{200 | \bar{C}_{i1} - \bar{C}_{i2} |}{| \bar{C}_{i1} + \bar{C}_{i2} |} \leq D_i \text{ и } \frac{200 | \bar{X}_1 - \bar{X}_2 |}{| \bar{X}_1 + \bar{X}_2 |} \leq D, \quad (5)$$

где $\bar{C}_{i1}, \bar{C}_{i2}$ — 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-бутанол, 2-бутанон, кротоновый альдегид, 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.

Библиография

- [1] ТУ 38.402-62-148—94 Альдегид 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-бутанон, 2-пропанол, этиловый спирт, 2-бутанол, 1-пропанол, кротоновый альдегид, изобутиловый спирт, 1-бутанол, 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.печ.л. 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