

**Изменение № 1 ГОСТ 32035—2013 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа
Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 81-П от 27.10.2015)**

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11532

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски: *;
ссылку на ГОСТ ИСО 5725-1—2003 дополнить знаком сноски: **;
ссылку на ГОСТ ИСО 5725-2—2003 дополнить знаком сноски: ***;
ссылку на ГОСТ ИСО 5725-4—2003 дополнить знаком сноски: *4;
ссылку на ГОСТ ИСО 5725-6—2002 дополнить знаком сноски: *5;
дополнить сносками:

«

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

*4 На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002.

*5 На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002»;

для ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4147—74, ГОСТ 4328—77, ГОСТ 5456—79, ГОСТ 6552—80, ГОСТ 20490—75 и ГОСТ 22300—76 наименование дополнить словом (в начале наименования): «Реактивы.»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 30536—2013 Водки и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей»;

исключить ссылку: «ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования».

Пункт 3.1. Заменить слово: «таре» на «упаковке».

Пункт 3.3. Таблица 1. Графа «Количество бутылок спирта в партии». Заменить слово: «спирта» на «водки».

Пункт 4.1. Второй абзац после слова «налива» дополнить словами: «(8 бутылок с ненарушенной укупоркой — для количества бутылок водки в партии до 500 включ.)».

Пункт 4.4. После обозначения «20» дополнить обозначением: «(8)».

Пункт 5.1.1. Четвертый абзац. Заменить слово: «мерные» на «стеклянные»; обозначения: «2—1—10—ХС3» на «2—1—100 ХС3», «6—700 ХС3» на «7—700 ХС3».

Пункт 5.1.2. Первый абзац. Заменить слова: «(всего 20 бутылок)» на «по 4.1».

Пункты 5.1.1, 5.4.1, 5.7.1. Заменить слово: «Аппаратура» на «Средства измерений».

Пункты 5.3.1.1, 5.5.1, 5.6.1, 5.8.1. Заменить слово: «Аппаратура» на «Средства измерений, вспомогательное оборудование».

Пункты 5.1.1 (первый абзац), 5.3.1.1 (второй абзац), 5.5.1 (третий абзац), 5.6.1 (четвертый абзац), 5.7.1 (четвертый абзац). После слова «стеклянный» дополнить словами: «диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С».

Пункт 5.1.1, подпункт 5.3.1.1 дополнить абзацем:

«Допускается применение средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам, а также посуды, по качеству не хуже вышеуказанной».

Пункт 5.4. Второй абзац. Заменить значение: «1,5» на «0,5».

Пункты 5.4.1, 5.5.1, 5.6.1, 5.7.1, 5.8.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—05—01.

«Весы аналитические, с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г, прошедшие процедуру утверждения типа в соответствии с порядком, установленным на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 5.4.1. Второй абзац. Заменить обозначение: «1—1—2—25» на «1—1—1—1 или 1—1—2—1».

Пункты 5.4.1, 5.7.1 дополнить абзацем:

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

Пункты 5.5.1, 5.6.1, 5.8.1 дополнить абзацем:

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

Пункты 5.5—5.8. Первый абзац. Заменить слова: «- по нормативным документам, действующим на территории стран, принявших стандарт» на «по ГОСТ 30536».

Пункты 5.5.1, 5.6.1, 5.7.1, 5.8.1. Второй абзац. После слов: «(фотоэлектроколориметр)» добавить слова: «, спектральным диапазоном измерений 315—980 нм, диапазоном измерений коэффициента пропускания от 100 % до 5 %, диапазоном измерения оптической плотности 0,0—1,3, пределами допускаемого значения абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания ± 1 %».

Пункты 5.5.1 (четвертый абзац), 5.6.1 (восьмой абзац), 5.7.1 (третий абзац), 5.8.1 (седьмой абзац). После слова «секундомер» дополнить словами: «3-го класса точности, с допускаемой погрешностью за 30 мин $\pm 1,6$ с, диапазоном рабочих температур от -20 °С до $+40$ °С».

Пункты 5.5.1 (последний абзац), 5.6.1 (тринадцатый абзац), 5.8.1 (четвертый абзац). Заменить слова: «Стандартные образцы (ОСО). Типовые реактивы» на «Растворы».

Подраздел 5.5 дополнить пунктом — 5.5.8:

«5.5.8 Определение массовой концентрации альдегидов (качественный метод)

Метод основан на реакции с фуксинсернистым реактивом I альдегидов, присутствующих в анализируемой водке, с образованием окрашенных продуктов реакции.

5.5.8.1 Средства измерений, материалы, посуда, реактивы

Весы аналитические, с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г, прошедшие процедуру утверждения типа в соответствии с порядком, установленным на территории государства, принявшего стандарт.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, с ценой деления 0,1 °С.

Пипетки 1—1—2—2 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2—100—2, 1—1000 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—25, 1—100, 1—250, 1—1000 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Секундомер 3-го класса точности, с допускаемой погрешностью за 30 мин $\pm 1,6$ с, диапазоном рабочих температур от -20 °С до $+40$ °С.

Пробирки П4-25 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336 или П—2—25 ХС по ГОСТ 1770.

Штатив для пробирок.

Растворы уксусного альдегида массовой концентрации 3, 4, 5 и 8 мг в 1 дм³ безводного спирта (для анализа водок).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающая пробу Саваля, или по ГОСТ 14262, о. ч., концентрированная.

Фуксинсернистый реактив I.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам, а также материалов, посуды и реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

5.5.8.2 Подготовка к анализу

а) Приготовление водного раствора пиросернистокислого натрия (плотность 1,308 г/см³).

Навеску пиросернистокислого натрия ($40,00 \pm 0,01$) г помещают в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³, приливают 40 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают, содержимое настаивают не менее 6 ч.

Насыщенный раствор отфильтровывают в цилиндр вместимостью 100 см³ и доводят его относительную плотность до 1,308 г/см³.

Раствор пироксернистокислого натрия готовят непосредственно перед его использованием.

б) Приготовление раствора фуксинсернистого реактива I

Навеску основного фуксина или основного парафуксина массой $(1,00 \pm 0,01)$ г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , приливают 700 см^3 дистиллированной воды и растворяют при температуре не выше $80 \text{ }^\circ\text{C}$. Охлаждают до температуры $(20,0 \pm 0,2) \text{ }^\circ\text{C}$, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

150 см^3 приготовленного раствора фуксина вносят в склянку с пришлифованной пробкой вместимостью $1500\text{—}2000 \text{ см}^3$, добавляют 100 см^3 водного раствора пироксернистокислого натрия (плотность $1,308 \text{ г/см}^3$) и перемешивают. Затем добавляют 1000 см^3 дистиллированной воды и 15 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и выдерживают до обесцвечивания раствора.

Раствор хранят в темном месте при температуре $(20,0 \pm 5,0) \text{ }^\circ\text{C}$ не более 9 мес.

5.5.8.3 Проведение анализа

В одну пробирку с пришлифованной пробкой вносят 10 см^3 анализируемой водки или ее дистиллята, в другую — 10 см^3 соответствующего раствора уксусного альдегида. Раствор уксусного альдегида берут в соответствии с анализируемой водкой, приготовленной из конкретного сорта спирта. В обе пробирки приливают по 2 см^3 фуксинсернистого реактива I. Пробирки закрывают пришлифованными пробками, перемешивают их содержимое и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин. Образовавшуюся окраску растворов визуально сравнивают на белом фоне.

Если окраска анализируемого раствора совпадает с окраской раствора уксусного альдегида или менее интенсивна, то массовая концентрация альдегидов в водке не превышает нормируемого показателя для водки, приготовленной из данного сорта спирта».

Подраздел 5.6 дополнить пунктом — 5.6.7:

«5.6.7 Определение массовой концентрации сивушного масла (качественный метод)

Метод основан на реакции раствора салицилового альдегида в присутствии серной кислоты с высшими спиртами, присутствующими в анализируемой водке, с образованием окрашенных продуктов реакции.

5.6.7.1 Средства измерений, материалы, посуда, реактивы

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, с диапазоном измерения температуры от $0 \text{ }^\circ\text{C}$ до $100 \text{ }^\circ\text{C}$, с ценой деления $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

Колба мерная $2\text{—}100\text{—}2$ по ГОСТ 1770.

Пипетки $1\text{—}1\text{—}0,5$, $1\text{—}2\text{—}1$, $1\text{—}2\text{—}5$ и $1\text{—}2\text{—}10$ по ГОСТ 29227.

Секундомер 3-го класса точности, с допускаемой погрешностью за 30 мин $\pm 1,6$ с, диапазоном рабочих температур от $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ до $+40 \text{ }^\circ\text{C}$.

Пробирки П4-50 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336.

Штатив для пробирок.

Раствор спиртовой с объемной долей салицилового альдегида 1 %.

Растворы сивушного масла (изоамиловый и изобутиловый спирты 3:1) массовой концентрации 2, 3, 4 и 6 мг в 1 дм^3 безводного спирта (для анализа водок).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающая пробу Савая, или по ГОСТ 14262, о. ч., концентрированная.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Допускается применение средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам, а также материалов, посуды и реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

5.6.7.2 Подготовка к анализу

а) Приготовление спиртового раствора с объемной долей салицилового альдегида 1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1 см^3 салицилового альдегида, доводят объем до метки этиловым ректификованным спиртом и перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при температуре $(20,0 \pm 5,0) \text{ }^\circ\text{C}$ не более 9 мес.

5.6.7.3 Проведение анализа

Содержание сивушного масла в водке рекомендуется определять после предварительной ее перегонки.

В две пробирки с пришлифованными пробками вносят по 10 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно по стенке пробирки приливают по $0,2 \text{ см}^3$ спиртового раствора салицилового альдегида. В одну пробирку приливают 5 см^3 анализируемой водки или ее дистиллята, а в другую — 5 см^3 соответствующего раствора сивушного масла. Пробирки закрывают пробками, содержимое их перемешивают и выдерживают в течение 20 мин при комнатной температуре. Образовавшуюся окраску растворов визуально сравнивают на белом фоне.

Если окраска анализируемого раствора совпадает с окраской раствора сивушного масла или менее интенсивна, то массовая концентрация сивушного масла не превышает нормируемого показателя для водки, приготовленной из данного сорта спирта.

Допускается проводить определение массовой концентрации сивушного масла не более чем в шести образцах одновременно».

Подраздел 5.8 дополнить пунктом — 5.8.7:

«5.8.7 Определение объемной доли метилового спирта (качественный метод)

Метод основан на реакции окисления метилового спирта марганцовокислым калием и серной кислотой с образованием формальдегида и его последующем взаимодействии с фуксинсернистым реактивом II с образованием окрашенного соединения.

5.8.7.1 Средства измерений, материалы, посуда, реактивы

Весы аналитические, с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г, прошедшие процедуру утверждения типа в соответствии с порядком, установленным на территории государства, принявшего стандарт.

Секундомер 3-го класса точности, с допускаемой погрешностью за 30 мин $\pm 1,6$ с, диапазоном рабочих температур от -20 °С до $+40$ °С.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления $0,1$ °С.

Штатив для пробирок.

Бюретка 1—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1—1—2—0,5; 1—1—2—1 и 1—2—2—5 по 29227.

Колбы мерные 2—100—2, 1—1000 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1—25, 1—50 по ГОСТ 1770.

Пробирки П4-25 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336 или П—2—25 ХС по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающая пробу Саваля, или по ГОСТ 14262, о. ч., концентрированная и разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х. ч., насыщенный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, водный раствор массовой концентрации 1 г/100 см³.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, водный раствор массовой концентрации 20 г/100 см³.

Фуксинсернистый реактив II.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Растворы метилового спирта с объемной долей 0,003 %, 0,01 %, 0,02 %, 0,03 % в пересчете на безводный спирт (для анализа водок).

Допускается применение средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам, а также материалов, посуды и реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

5.8.7.2 Подготовка к анализу

а) Приготовление насыщенного раствора щавелевой кислоты

Навеску щавелевой кислоты массой ($10,00 \pm 0,01$) г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор выдерживают при температуре ($20,0 \pm 0,2$) °С не менее 24 ч для достижения полного насыщения и фильтруют через бумажный фильтр.

Раствор хранят в холодильнике не более 14 сут.

б) Приготовление водного раствора сернистокислого натрия массовой концентрации 20 г/100 см³

Навеску сернистокислого натрия массой ($20,00 \pm 0,01$) г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 70 — 80 см³ дистиллированной воды и растворяют при температуре не выше 40 °С. Охлаждают до ($20,0 \pm 0,2$) °С, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте не более 7 сут.

в) Приготовление водного раствора марганцовокислого калия массовой концентрации 1 г/100 см³

Навеску марганцовокислого калия массой ($1,00 \pm 0,01$) г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 70 — 80 см³ дистиллированной воды и растворяют при температуре ($20,0 \pm 0,2$) °С, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте не более 3 мес.

г) Приготовление водного раствора пироксернистокислого натрия (плотность $1,262$ г/см³)

Навеску пиросернистокислого натрия ($20,00 \pm 0,01$) г помещают в мерную колбу с шлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 , приливают 20 см^3 дистиллированной воды. Колбу закрывают, содержимое настаивают не менее 6 ч.

Насыщенный раствор отфильтровывают в цилиндр вместимостью 50 см^3 и доводят его относительную плотность до $1,262 \text{ г/см}^3$.

Раствор пиросернистокислого натрия готовят непосредственно перед его использованием.

д) Приготовление раствора фуксинсернистого реактива II

Навеску основного фуксина или основного парафуксина массой ($1,00 \pm 0,01$) г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , приливают 700 см^3 дистиллированной воды и растворяют при температуре не выше $80 \text{ }^\circ\text{C}$. Охлаждают до температуры ($20,0 \pm 0,2$) $^\circ\text{C}$, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученный раствор фуксина переливают в склянку с шлифованной пробкой вместимостью $1500\text{—}2000 \text{ см}^3$, добавляют 25 см^3 водного раствора пиросернистокислого натрия (плотность $1,262 \text{ г/см}^3$) и перемешивают. Когда жидкость приобретет слабо-розовую окраску, к ней добавляют $4,8 \text{ см}^3$ концентрированной серной кислоты, перемешивают и выдерживают до тех пор, пока окраска раствора не станет бесцветной или слабо-желтой.

Раствор хранят в темном месте при температуре ($20,0 \pm 5,0$) $^\circ\text{C}$ не более 9 мес.

5.8.7.3 Проведение анализа

В одну пробирку с шлифованной пробкой вносят $0,2 \text{ см}^3$ анализируемой водки или ее дистиллята, а в другую — $0,2 \text{ см}^3$ соответствующего раствора метилового спирта. Раствор метилового спирта берут в соответствии с анализируемой водкой, приготовленной из конкретного сорта спирта. Затем в каждую пробирку приливают по 5 см^3 водного раствора марганцовокислого калия массовой концентрации 1 г/100 см^3 и по $0,4 \text{ см}^3$ раствора серной кислоты (плотность $1,830 \text{ г/см}^3$), разбавленной в два раза дистиллированной водой. Пробирки закрывают пробками, их содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 3 мин.

Затем в каждую пробирку приливают по 1 см^3 насыщенного раствора щавелевой кислоты или водного раствора сернистокислого натрия массовой концентрации 20 г/100 см^3 и перемешивают. Когда жидкость в пробирках приобретет светло-желтую окраску, из бюретки приливают по 1 см^3 концентрированной серной кислоты (плотность $1,830 \text{ г/см}^3$) и после обесцвечивания раствора приливают по 5 см^3 фуксинсернистого реактива II. Содержимое пробирок перемешивают, выдерживают в течение 35 мин при комнатной температуре. Образовавшуюся окраску растворов визуально сравнивают на белом фоне.

Если окраска анализируемого раствора совпадает с окраской раствора или менее интенсивна, то объемная доля метилового спирта в водке не превышает нормируемого показателя для водки, приготовленной из данного сорта спирта».

Элемент «Библиография». Позиция [3]. Заменить ссылку: ИСО 8258:1991 на ISO 7870-2:2013.

(ИУС № 2 2016 г.)