
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33833—
2016

НАПИТКИ СПИРТНЫЕ

Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии — филиалом Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра питания, биотехнологии и безопасности пищи (ВНИИПБТ — филиал ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июля 2016 г. № 89-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 августа 2016 г. № 968-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33833—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки.	1
3 Сущность метода.	2
4 Отбор и подготовка проб.	2
5 Требования безопасности.	2
6 Требования к квалификации персонала	2
7 Требования к условиям измерений	3
8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы	3
9 Подготовка к выполнению измерений	4
10 Выполнение измерений	5
11 Обработка результатов	6
12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	7
Приложение А (обязательное) Приготовление исходных градуировочных растворов для определения объемной доли метилового спирта в спиртных напитках	8

НАПИТКИ СПИРТНЫЕ**Газохроматографический метод определения
объемной доли метилового спирта**

Spirits.

Gas-chromatographic method for determination
of volume fraction of methanol

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на спиртные напитки объемной долей этилового спирта от 7,0 до 60,0 %: аперитивы, коктейли, бальзамы, джины, пунши, наливки, настойки (горькие, полусладкие, сладкие), десертные напитки, спиртные газированные и негазированные напитки, ликеры (крепкие, десертные, эмульсионные), кремы, ром, виски, текилу, спиртные зерновые дистиллированные напитки и устанавливает газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта.

Настоящий стандарт может быть также применен для определения объемной доли метилового спирта в фруктовых (плодовых) спиртованных соках и морсах.

Диапазон измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт составляет от 0,003 до 0,120 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

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

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 32036—2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 32080—2013 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении метилового спирта и других летучих веществ, присутствующих в анализируемой пробе дистиллята, полученного после предварительной перегонки спирта из спиртного напитка, и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 32080 (раздел 4).

4.2 Определение объемной доли метилового спирта проводят в дистиллятах, полученных после предварительной перегонки спирта из анализируемого спиртного напитка (далее — дистиллят), для эмульсионных ликеров — по ГОСТ 32080 (подпункт 5.3.4.2), для остальных спиртных напитков — по ГОСТ 32080 (подпункт 5.3.1.2).

4.3 Анализируемый дистиллят помещают в микровиалу вместимостью 2 см³, предварительно ополоснутую дистиллятом. Пипеткой вместимостью 2 см³ вносят 1 см³ дистиллята, подготовленного по 4.2.

5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе соблюдают:

- требования взрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.010;

- требования электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и инструкцию по эксплуатации прибора.

При работе с вредными веществами соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.1.007.

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

6 Требования к квалификации персонала

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

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

7 Требования к условиям измерений

Подготовку проб и измерения проводят в следующих лабораторных условиях:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность от 30 до 80 %;
- частота переменного тока $(50 \pm 1) \text{ Гц}$;
- напряжение в сети $(220 \pm_{33}^{22}) \text{ В}$.

8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12} \text{ гС/с}$, с колонкой газохроматографической капиллярной с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,50 мкм.

Компьютер, имеющий программное обеспечение, обеспечивающее управление работой газового хроматографа и обработку результатов измерений.

Примечание — Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

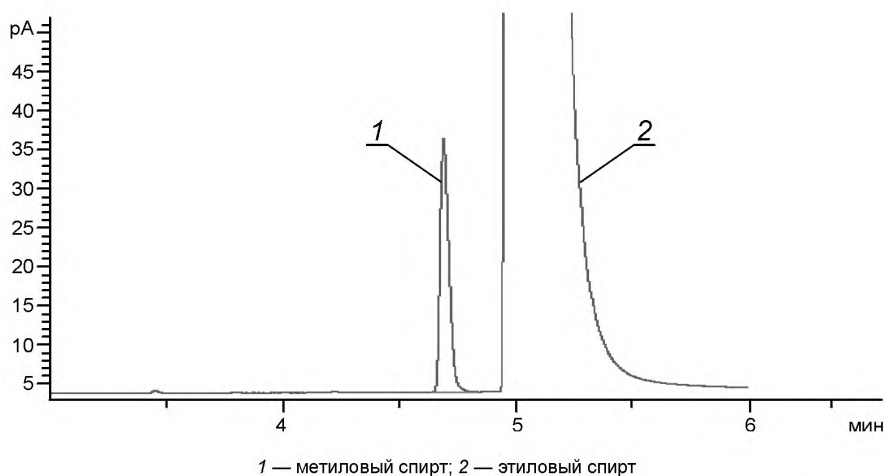


Рисунок 1 — Хроматограмма градуировочного раствора метилового спирта для определения объемной доли метилового спирта в дистилляте

Микрошприцы вместимостью 10 мм³, относительной погрешностью $\pm 1 \%$.

Колбы мерные 2-10-2, 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10, 1-2-2-25 или 2-2-2-2, 2-2-2-5, 2-2-2-10, 2-2-2-25 по ГОСТ 29227.

Пипетки 1-2-5 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменной вместимостью от 0,025 до 0,200 см³, с относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема $\pm 0,8 \%$.

Микродозатор с переменной вместимостью от 0,1 до 1,0 см³, относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема $\pm 0,7 \%$.

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья с объемной долей метилового спирта в пересчете на безводный спирт не более 0,001 % по ГОСТ 5962.

Метанол с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

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

Азот по ГОСТ 9293, о. ч. Допускается использовать генераторы азота.

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

Воздух кл. 0 по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушные компрессоры, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха согласно инструкции по эксплуатации газового хроматографа.

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

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.2 Кондиционирование капиллярной колонки

9.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью от 0,048 до 0,072 дм³/ч при программировании температуры термостата колонок от 70 до 220 °С и выдерживают при этой температуре в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при температуре термостата колонок 70—80 °С.

9.2.2 Перед проведением анализа кондиционирование колонки проводят при температуре термостата колонок 220 °С до стабилизации базовой линии (от 30 до 40 мин.), не отсоединяя колонку от детектора.

9.3 Приготовление градуировочных растворов

9.3.1 Исходные градуировочные растворы ИР-1, ИР-2 и ИР-3 готовят в соответствии с процедурой, изложенной в приложении А.

9.3.2 Для анализируемого дистиллята готовят градуировочные растворы ГР₁-1, ГР₁-2 и ГР₁-3 из исходных градуировочных растворов ИР-1, ИР-2 и ИР-3 соответственно.

9.3.3 Определяют объемную долю этилового спирта $X_{Э_i}$, %, в дистилляте для эмульсионных ликеров — по ГОСТ 32080 (подпункт 5.3.4.3), для остальных спиртных напитков — по ГОСТ 32080 (подпункт 5.3.1.3). Готовят градуировочные растворы ГР₁-1, ГР₁-2 и ГР₁-3 объемной долей этилового спирта в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Объемная доля этилового спирта в анализируемом дистилляте, %	Объемная доля этилового спирта в градуировочном растворе, %
От 7,0 до 15,0 включ.	10,0
Св. 15,0 до 25,0 включ.	20,0
Св. 25,0 до 35,0 включ.	30,0
Св. 35,0 до 45,0 включ.	40,0
Св. 45,0 до 60,0 включ.	50,0

Каждый исходный градуировочный раствор (ИР-1, ИР-2, ИР-3) разводят дистиллированной водой до объемной доли этилового спирта, равной $X_{Э_i}$, %, при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С.

Для приготовления градуировочного раствора объемом $V_{ГРi}$, см³, с объемной долей этилового спирта $X_{Эi}$, %, объем исходного градуировочного раствора $V_{ИРi}$, см³, вычисляют по формуле:

$$V_{ИРi} = \frac{V_{ГРi} \cdot X_{Эi}}{X_{Эс}}, \quad (1)$$

где $X_{Эс}$ — объемная доля этилового спирта в исходном градуировочном растворе [ИР-1, ИР-2 или ИР-3 (см. А.2 приложения А)], %.

Срок хранения градуировочных растворов в холодильнике при температуре от 4 до 10 °С в герметично закрытой посуде — не более 6 мес.

9.3.4 Объемную долю метилового спирта $X_{Мi}$, %, в приготовленных градуировочных растворах ГР_i-1, ГР_i-2 или ГР_i-3 вычисляют по формуле:

$$X_{Мi} = \frac{X_{Мj} \cdot X_{Эi}}{X_{Эс}}, \quad (2)$$

где $X_{Мj}$ — объемная доля метилового спирта в исходном градуировочном растворе ИР-1, ИР-2 или ИР-3 (см. А.3.5 приложения А), %;

$X_{Эi}$ — объемная доля этилового спирта в приготовленном градуировочном растворе, %;

$X_{Эс}$ — объемная доля этилового спирта в исходном градуировочном растворе (ИР-1, ИР-2 или ИР-3), %.

10 Выполнение измерений

10.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

- температура детектора 220—230 °С;
- температура испарителя (инжектора) 120—60 °С;
- коэффициент деления потока 20:1—40:1;
- начальная температура термостата колонок 70—80 °С;
- изотерма 1 7 мин;
- температура термостата колонок в конце анализа 220 °С;
- изотерма 2 5 мин;
- газ-носитель азот;
- скорость потока газа-носителя 0,048—0,072 дм³/ч;
- скорость потока водорода 1,8 дм³/ч;
- скорость потока воздуха 18 дм³/ч;
- объем пробы 0,5—1,0 мм³.

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

10.2 Прибор градуируют по градуировочным растворам методом абсолютной градуировки.

10.3 Градуировку хроматографа выполняют, используя градуировочные растворы ГР_i-1, ГР_i-2 и ГР_i-3, приготовленные по 9.3.3. Хроматографируют каждый градуировочный раствор. Регистрируют время удерживания и площади пиков метилового спирта. Измерения выполняют не менее двух раз. Усредненные площади пиков метилового спирта соответствуют объемной доле метилового спирта $X_{Мi}$, %, вычисленной по формуле (2). Хроматограмма градуировочного раствора для определения объемной доли метилового спирта в дистилляте приведена на рисунке 1.

10.4 Для получения градуировочной характеристики полученные измерения обрабатывают методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения. Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

10.5 Градуировочная зависимость считается приемлемой, если рассчитанное программным обеспечением значение коэффициента корреляции для градуировочной зависимости метилового спирта не менее 0,998.

10.6 Градуировку хроматографа проводят также при смене хроматографической колонки, градуировочных растворов, после проведения ремонтных работ.

10.7 Перед началом измерений проводят «холостой» анализ (без ввода пробы) в условиях, указанных в 10.1. При наличии на хроматограмме пиков, не относящихся к высокочастотному шуму, проводят кондиционирование колонки по 9.2.2.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 5 или 10 мм³ вводят 1,0 мм³ дистиллята и выполняют хроматографическое разделение в условиях, указанных в 10.1.

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующей метилового спирту градуировочного раствора. Измерения проводят два раза в условиях повторяемости [см. ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14)].

11 Обработка результатов

11.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящего в комплект хроматографа компьютера в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Диапазон измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, % при $P = 0,95$	Стандартное (среднее квадратическое) отклонение повторяемости $\sigma_{\text{отн}}$, %	Стандартное (среднее квадратическое) отклонение воспроизводимости $\sigma_{\text{Ротн}}$, %	Предел повторяемости $r_{\text{отн}}$, % ($P = 0,95$, $n = 2$)
От 0,003 до 0,006 включ.	28	9	14	25
Св. 0,006 до 0,120 включ.	22	7	11	19

11.2 Результаты измерений объемной доли метилового спирта X_j , %, пересчитывают на безводный спирт по формуле:

$$X_{\text{бс}i} = X_j \frac{100}{X_{\text{Э}i}}, \quad (3)$$

где $X_{\text{бс}i}$ — объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт;

100 — объемная доля безводного спирта, %;

$X_{\text{Э}i}$ — объемная доля этилового спирта в дистилляте, %.

Среднее арифметическое значение двух параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт $X_{\text{србс}}$, %, вычисляют по формуле:

$$X_{\text{србс}} = \frac{X_{\text{бс}1} + X_{\text{бс}2}}{2}, \quad (4)$$

где $X_{\text{бс}1}$, $X_{\text{бс}2}$ — результаты параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт в анализируемом дистилляте, %;

2 — число параллельных измерений.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле:

$$\frac{2 \cdot |X_{\text{бс}1} - X_{\text{бс}2}| \cdot 100}{(X_{\text{бс}1} + X_{\text{бс}2})} \leq r_{\text{отн}}, \quad (5)$$

где 2 — число параллельных измерений;

$X_{\text{бс}1}$, $X_{\text{бс}2}$ — результаты параллельных измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт в анализируемом дистилляте, %;

100 — множитель для пересчета в проценты;

$r_{\text{отн}}$ — значение (относительное) предела повторяемости измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт (см. таблицу 2), %.

Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 10.7.

11.3 Результаты измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, признанных приемлемыми в соответствии с 11.2, в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$X_{\text{ср}} \pm \Delta, P = 0,95, \%,$$

где $X_{\text{ср}}$ — среднее арифметическое значение двух результатов измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, признанных приемлемыми по 11.2, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, при $P = 0,95, \%$, вычисляемое по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{\text{ср}}, \quad (6)$$

где 0,01 — множитель для пересчета процентов в доли единицы;

δ — значение границ относительной погрешности измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт при $P = 0,95$ (см. таблицу 2), %.

11.4 Если полученный результат измерений выходит за пределы границ диапазона измерений объемных долей в пересчете на безводный спирт, установленных в таблице 2, результаты представляют в виде:

$$X_{\text{ср}} < 0,003 \% \text{ или } X_{\text{ср}} > 0,120 \%$$

11.5 Числовое значение результата измерений ($X_{\text{ср}}$) должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности, содержащее не более двух значащих цифр.

12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

12.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

12.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов по отношению к их среднему арифметическому значению с критической разностью $CD_{0,95\text{отн}}$ по формуле:

$$\frac{2 \cdot |X_{\text{ср}1} - X_{\text{ср}2}| \cdot 100}{(X_{\text{ср}1} + X_{\text{ср}2})} \leq CD_{0,95\text{отн}}, \quad (7)$$

где $X_{\text{ср}1}, X_{\text{ср}2}$ — средние арифметические значения результатов измерений объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 11.2, %;

$CD_{0,95\text{отн}}$ — значение (относительное) критической разности объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, которое вычисляют по формуле:

$$CD_{0,95\text{отн}} = 2,77 \sqrt{\sigma_{\text{Ротн}}^2 - \sigma_{\text{Готн}}^2} / 2, \quad (8)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных измерений по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 4.1.2);

$\sigma_{\text{Ротн}}$ — показатель воспроизводимости (см. таблицу 2), %;

$\sigma_{\text{Готн}}$ — показатель повторяемости (см. таблицу 2), %.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3). При разногласиях руководствуются ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.4).

**Приложение А
(обязательное)**

**Приготовление исходных градуировочных растворов
для определения объемной доли метилового спирта в спиртных напитках**

А.1 Средства измерений, реактивы, материалы и посуда — по разделу 7.

А.2 В этиловом ректифицированном спирте из пищевого сырья по ГОСТ 5962, используемом в качестве растворителя при приготовлении исходных градуировочных растворов, определяют объемную долю этилового спирта $X_{Эс}$, %, по ГОСТ 32036 (пункт 6.3), объемную долю метилового спирта $X_{Мс}$, %, — по ГОСТ 30536.

А.3 Процедура приготовления исходных градуировочных растворов (ИР-1, ИР-2, ИР-3)

А.3.1 Приготовление градуировочных растворов проводят при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С в вытяжном шкафу.

А.3.2 Приготовление исходного градуировочного раствора ИР-1

А.3.2.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 40—50 см³ этилового спирта. Затем микродозатором вместимостью 0,025—0,200 см³ вносят 0,12 см³ метилового спирта.

А.3.2.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С в течение 25 мин. и доводят до метки этиловым спиртом.

А.3.2.3 Объемную долю метилового спирта $X_{М1}$, %, в исходном градуировочном растворе ИР-1 вычисляют с учетом объемной доли метилового спирта $X_{Мс}$, %.

А.3.3 Приготовление исходного градуировочного раствора ИР-2

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 40—50 см³ этилового спирта и пипеткой вместимостью 5 см³ по ГОСТ 29169 вносят 5 см³ исходного градуировочного раствора ИР-1, приготовленного по А.3.2.1. Далее повторяют процедуры по А.3.2.2.

А.3.4 Приготовление исходного градуировочного раствора ИР-3

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 30—40 см³ этилового спирта и пипеткой вместимостью 5 см³ вносят 2,5 см³ исходного градуировочного раствора ИР-1, приготовленного по А.3.2.1. Далее повторяют процедуры по А.3.2.2.

А.3.5 Вычисление объемной доли метилового спирта в исходных градуировочных растворах

Объемную долю метилового спирта в исходных градуировочных растворах $X_{Мj}$, %, вычисляют по формуле:

$$X_{Мj} = \frac{X_{М1} \cdot V_{ИР1} + X_{Мс} \cdot V_c}{100}, \quad (A.1)$$

где $X_{М1}$ — объемная доля метилового спирта в исходном градуировочном растворе ИР-1, %;

$V_{ИР1}$ — объем исходного градуировочного раствора ИР-1, дм³;

$X_{Мс}$ — объемная доля метилового спирта в этиловом ректифицированном спирте из пищевого сырья, используемом для приготовления исходных градуировочных растворов, %;

V_c — объем этилового ректифицированного спирта из пищевого сырья, используемого для приготовления исходных градуировочных растворов, дм³;

100 — объем приготовленного исходного градуировочного раствора, дм³.

А.4 Требования безопасности

Работы по приготовлению градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу с соблюдением мер предосторожности.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

А.5 Требования к квалификации персонала

К приготовлению градуировочных растворов допускают персонал, имеющий квалификацию не ниже инженера-химика.

А.6 Требования к упаковке и маркировке

Градуировочные растворы, приготовленные по А.3, помещают в колбы с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетки с указанием объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, даты и времени приготовления.

А.7 Условия хранения

Срок хранения исходных градуировочных растворов, приготовленных по А.3, в холодильнике при температуре от 4 до 10 °С в герметично закрытой посуде — не более 6 мес.

Ключевые слова: напитки спиртные, аперитивы, коктейли, бальзамы, джины, пунши, наливки, настойки горькие, настойки полусладкие, настойки сладкие, напитки десертные, напитки спиртные газированные и негазированные, ликеры крепкие, ликеры десертные, ликеры эмульсионные, кремы, виски, ром, текила, спиртные зерновые дистиллированные напитки, дистиллят, метиловый спирт, градуировочный раствор, хроматограмма, газохроматографический метод

Редактор *Л.Л. Штендель*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 31.08.2016. Подписано в печать 14.09.2016. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86.

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru