

Изменение № 2 ГОСТ Р 51786—2001 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности
Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.11.2012 № 1426-ст

Дата введения — 2013—07—01

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на водки и водки особые (далее — водки), спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья (далее — спирт) и устанавливает газохроматографический метод определения содержания токсичных микропримесей, не характерных для водки и спирта: компонентов сивушного масла (2-бутанола, 1-пентанола, 1-гексанола), кротональдегида, кетонов (ацетона и 2-бутанона), ароматических спиртов (бензилового и 2-фенилэтанола), ароматического альдегида (бензальдегида), этилового эфира, сложных эфиров (изобутилацетата, этилбутирата, этиллактата)»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Метод применяют для исследовательских работ и накопления статистических данных для установления подлинности водки и спирта по наличию токсичных микропримесей, не характерных для водки и спирта из пищевого сырья, и накопления статистических данных по содержанию микропримесей, образующихся при нарушении технологических режимов производства водки и спирта или условий их хранения».

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение Изменения № 2 к ГОСТ Р 51786—2001)

Раздел 2. Исключить ссылки: ГОСТ 5363—93, ГОСТ 5964—93 и их наименования;

дополнить ссылками:

«ГОСТ Р 52472—2005 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ Р 52473—2005 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа»;

заменить ссылку: «ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006» на «ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009»; «ГОСТ Р 8.563—96» на «ГОСТ Р 8.563—2009»;

для ГОСТ Р 8.563—2009 заменить слово: «выполнения» на «(методы)».

Пункт 3.1. Заменить ссылки: ГОСТ 5363 на ГОСТ Р 52472, ГОСТ 5964 на ГОСТ Р 52473.

Пункт 3.2 изложить в новой редакции:

«3.2 Подготавливают образец водки или спирта. Для этого из пробы водки или спирта, отобранной по 3.1 и направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 см³, предварительно ополоснутую испытуемым образцом, пипеткой вместимостью 1 см³ вносят 1 см³ продукта».

Пункт 4.2. Двенадцатый абзац после слов «Колонка газохроматографическая капиллярная». Заменить слова: «НР-FFAP (США) 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм» на «с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,52 мкм»;

(Продолжение см. с. 81)

заменить абзац:

«Диэтилфталат [15]» на

«Этиллактат (этиловый эфир молочной кислоты) [15]».

Подпункт 4.3.3.2. Второй абзац после слова «1-пентанол,» дополнить словом: «Этиллактат»;

исключить слово: «диэтилфталат».

Подпункт 4.3.3.3 дополнить подпунктом — 4.3.3.3.2а (после подпункта 4.3.3.3.2):

«4.3.3.3.2а Относительная погрешность приготовления градуировочной смеси для анализа водок объемной долей веществ 0,001 % для метанола составляет ± 5 % и ± 3 % для остальных веществ при $P = 0,95$ »;

дополнить подпунктом — 4.3.3.3.4а (после подпункта 4.3.3.3.4):

«4.3.3.3.4а Относительная погрешность приготовления градуировочной смеси для анализа спирта объемной долей веществ 0,001 % для метанола составляет ± 5 % и ± 3 % для остальных веществ при $P = 0,95$ ».

Подпункт 4.3.3.4 дополнить подпунктом 4.3.3.4.1а (после подпункта 4.3.3.4.1):

«4.3.3.4.1а Относительная погрешность приготовления градуировочной смеси для анализа водок объемной долей веществ 0,0005 % для метанола составляет ± 5 % и ± 3 % для остальных веществ при $P = 0,95$ »;

дополнить подпунктом — 4.3.3.4.2а (после подпункта 4.3.3.4.2):

«4.3.3.4.2а Относительная погрешность приготовления градуировочной смеси для анализа спирта объемной долей веществ 0,0005 % для метанола составляет ± 5 % и ± 3 % для остальных веществ при $P = 0,95$ ».

Подпункт 4.3.3.5 дополнить подпунктом — 4.3.3.5.1а (после подпункта 4.3.3.5.1):

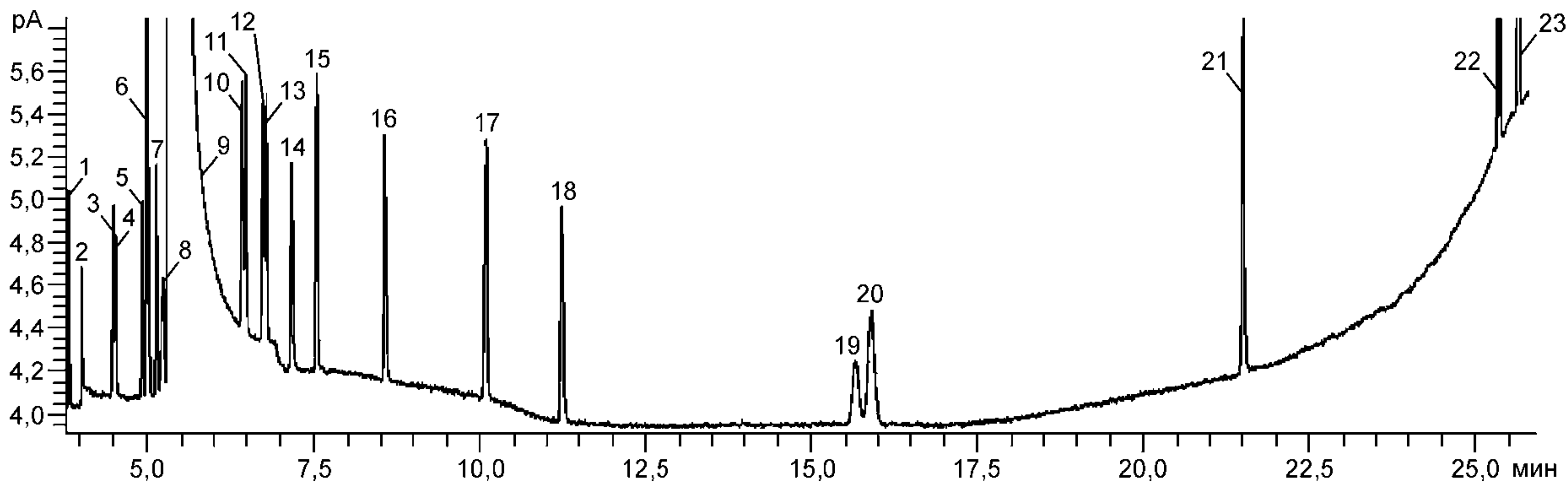
«4.3.3.5.1а Относительная погрешность приготовления градуировочной смеси для анализа водок объемной долей веществ 0,0001 % для всех веществ составляет ± 5 % при $P = 0,95$ »;

дополнить подпунктом — 4.3.3.5.2а (после подпункта 4.3.3.5.2):

«4.3.3.5.2а Относительная погрешность приготовления градуировочной смеси для анализа спирта объемной долей веществ 0,0001 % для всех веществ составляет ± 5 % при $P = 0,95$ ».

Подпункт 4.4.2. Рисунок 1, подрисуночную подпись и наименование изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 82)



1 — этиловый эфир; 2 — уксусный альдегид; 3 — ацетон; 4 — метилацетат; 5 — этилацетат; 6 — метанол; 7 — 2-бутанон; 8 — 2-пропанол; 9 — этанол; 10 — изобутилацетат; 11 — 2-бутанол; 12 — 1-пропанол; 13 — этилбутират; 14 — кротоновый альдегид; 15 — изобутиловый спирт; 16 — 1-бутанол; 17 — изоамиловый спирт; 18 — 1-пентанол; 19 — этиллактат; 20 — 1-гексанол; 21 — бензальдегид; 22 — бензиловый спирт; 23 — 2-фенилэтанол

Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси».

(Продолжение см. с. 83)

(Продолжение Изменения № 2 к ГОСТ Р 51786—2001)

Подпункт 4.5.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) $\sigma_r, \sigma_{ri}, \%$	Предел повторяемости $r, r_p, \%$ ($P = 0,95, n = 2$)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) $\sigma_R, \sigma_{Ri}, \%$	Границы относительной погрешности $\pm \delta_p, \pm \delta \%$ ($P = 0,95$)
Сивушное масло:					
2-пропанол, мг/дм ³	От 0,5 до 10 включ.	5	15	7	15
1-пропанол, мг/дм ³	Св. 10 » 1000 »	4	10	5	10
2-бутанол, мг/дм ³	То же	То же	То же	То же	То же
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:					
метилацетат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
этилацетат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
изобутилацетат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
этилбутират, мг/дм ³	»	»	»	»	»
этиллактат, мг/дм ³	»	»	»	»	»
этиловый эфир, мг/дм ³	»	»	»	»	»
уксусный альдегид, мг/дм ³	»	»	»	»	»
кротональдегид, мг/дм ³	»	»	»	»	»
Ароматический альдегид:					
бензальдегид, мг/дм ³	»	»	»	»	»

(Продолжение см. с. 84)

Окончание таблицы 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторности) σ_{ri} , %	Предел повторяемости r, r_p , % ($P = 0,95, n = 2$)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_R, σ_{Ri} , %	Границы относительной погрешности $\pm \delta_p, \pm \delta$, % ($P = 0,95$)
Ароматические спирты: бензиловый спирт, мг/дм ³ 2-фенилэтанол, мг/дм ³ Кетоны: ацетон, мг/дм ³ 2-бутанон, мг/дм ³	Св. 10 до 1000 включ. То же » »	14 То же » »	10 То же » »	5 То же » »	10 То же » »
Метиловый спирт, объемная доля, %	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 » 0,01 » » 0,01 » 0,1 »	7 5 4	20 15 10	10 6 5	20 15 10
* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.					

Подпункт 4.5.1а. Формула (1а). Экспликацию изложить в новой редакции:

«где 2 — число параллельных определений;

C_{i1}, C_{i2} — результаты параллельных определений массовой концентрации i -го вещества (кроме метилового спирта) в анализируемой пробе, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

X_1, X_2 — результаты параллельных определений объемной доли метилового спирта в анализируемой пробе, %, в пересчете на безводный спирт;

100 — множитель для пересчета в проценты;

r_i, r — значение предела повторяемости (таблица 1) i -го вещества и метилового спирта, %».

Подпункт 4.5.2 после слова «этилбутирата,» дополнить словом: «этил-лактата»;

исключить слово: «диэтилфталата»;

(Продолжение см. с. 85)

формула (2). Экспликация. Первый абзац изложить в новой редакции:
«где P — объемная доля этилового спирта в анализируемом образце, %, определяемая по ГОСТ 52473 — для спирта и по ГОСТ 52472 — для водки».

Подпункт 4.5.3 изложить в новой редакции:

«4.5.3 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$C_{icp} \pm \Delta_{ic}$ ($P = 0,95$), мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

$X_{cp} \pm \Delta_x$ ($P = 0,95$), объемная доля, %, в пересчете на безводный спирт,

где C_{icp} — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации i -го вещества (кроме метанола), признанных приемлемыми, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

X_{cp} — среднеарифметическое значение результатов измерений объемной доли метанола, признанных приемлемыми, %, в пересчете на безводный спирт;

$\pm \Delta_{ic}$ — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации i -го вещества (кроме метанола), мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

$\pm \Delta_x$ — границы абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метанола, %, в пересчете на безводный спирт.

Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации i -го вещества (кроме метанола) $\pm \Delta_{ic}$, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт, и значение абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метанола $\pm \Delta_x$, %, в пересчете на безводный спирт, рассчитывают по формулам:

$$\pm \Delta_{ic} = \pm 0,01 \cdot \delta_i \cdot C_{icp} \text{ и } \pm \Delta_x = \pm 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}, \quad (2a)$$

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

$\pm \delta_i$, $\pm \delta$ — границы относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации i -го вещества и объемной доли этилового спирта, %, (таблица 1)».

Пункт 4.5 дополнить подпунктами — 4.5.4, 4.5.5:

«4.5.4 Полученные значения абсолютной погрешности округляют до двух значащих цифр, при этом числовое значение результата измерений (C_{icp} и X_{cp}) после округления должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности.

4.5.5 В случае если содержание компонента ниже [при выполнении условия: отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума, превышающему значение 2:1] или выше границ диапазона измерений, установлен-

(Продолжение см. с. 86)

ных таблицей 1, результаты представляют в виде $C_{i\text{ср}} < 0,5 \text{ мг/дм}^3$ или $C_{i\text{ср}} > 1000 \text{ мг/дм}^3$ для массовой концентрации i -го компонента и $X_{\text{ср}} < 0,0001 \%$ или $X_{\text{ср}} > 0,1 \%$ — для объемной доли метилового спирта».

Подпункт 4.6.3. Формула (3). Экспликацию изложить в новой редакции: «где $C_{i\text{ср}1}$, $C_{i\text{ср}2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации i -го вещества, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

$X_{\text{ср}1}$, $X_{\text{ср}2}$ — среднеарифметические значения объемной доли метилового спирта, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, %, в пересчете на безводный спирт;

$CD_{i0,95}$, $CD_{0,95}$ — значения критической разности для массовой концентрации i -го вещества, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт, и объемной доли метилового спирта, %, в пересчете на безводный спирт, которые вычисляют по формуле (3а)»;

формула (3а). Экспликация. Шестой, седьмой абзацы изложить в новой редакции:

« $C_{i\text{ср}1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения массовой концентрации i -го вещества, полученных в первой и второй лабораториях, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

$X_{\text{ср}1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли метилового спирта, полученных в первой и второй лабораториях, %, в пересчете на безводный спирт, вычисляют по формуле (3б):».

Пункт 4.7 изложить в новой редакции:

«4.7 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории»

Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории осуществляют, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725—6 и метод контроля стабильности показателя правильности по 6.2.4 или 6.2.5 ГОСТ Р ИСО 5725—6 с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с 4.2 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и Б.14 ГОСТ Р 8.563.

(Продолжение см. с. 87)

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности — по ГОСТ Р 51698 (приложение В).

Контроль стабильности показателя правильности результатов измерений проводят с использованием в качестве образца для контроля одного из образцов аттестованных градуировочных смесей, приготовленных по 4.3.3 и не используемого при градуировке хроматографа в соответствии с 4.4.2.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности показателя правильности — по 6.2.4.3 или 6.2.5.3 ГОСТ Р ИСО 5725—6».

(Продолжение см. с. 88)

Стандарт дополнить разделом 6:

«6 Требования к условиям измерений

Подготовку проб и измерения проводят в лабораторных условиях при температуре окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, атмосферном давлении от 84 до 106 кПа, относительной влажности воздуха от 30 % до 80 %, частоте переменного тока (50 ± 1) Гц, напряжении в сети (220 ± 5) В».

Приложение А. Библиография. Позицию [15] изложить в новой редакции:

«[15] ТУ 6-09-4907—80 Этиллактат».

Библиографические данные. Ключевые слова. Заменить слова: «этиловый спирт» на «спирт этиловый ректифицированный», «диэтилфталат» на «этиллактат».

(ИУС № 2 2013 г.)