ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52968—2008

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Метод определения массовой концентрации сухого остатка

Издание официальное

БЗ 12—2007/429

Москва
Стандартинформ
2009

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Пищевая, дрожжевая и ликероводочная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2008 г. № 230-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2009

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 Отбор проб 2
4 Метод анализа 2
4.1 Сущность метода 2
4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
4.3 Подготовка к проведению анализа 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов определений 2
5 Метрологические характеристики 3
6 Контроль стабильности результатов определений в лаборатории 4
7 Требования безопасности 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Метод определения массовой концентрации сухого остатка

Ethanol from food raw material. Method for determination of mass concentration of dry residue

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья и устанавливает метод определения массовой концентрации сухого остатка.

Диапазон определений массовой концентрации сухого остатка в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья от 1 до 20 мг/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51698—2000 Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

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

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—93 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

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

Издание официальное

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежегодно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Отбор проб

Отбор проб этилового ректификованного спирта из пищевого сырья — по ГОСТ Р 52473.

4 Метод анализа

4.1 Сущность метода

Часть объединенной пробы этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, отобранной по ГОСТ Р 52473, высушивают при температуре 103 °С и определяют массовую концентрацию сухого остатка путем взвешивания.

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более ± 0,3 мг.

Пипетки 2-2-100 и 2-2-200 по ГОСТ 29169.

Чашка для выпаривания достаточной вместимости по ГОСТ 9147.

Баня водяная.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336, содержащий свежеприготовленный силикагель или аналогичный осушитель.

Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру (103 ± 2) °С.

Электропечь муфельная с терморегуляцией, номинальная температура в рабочем пространстве 1000 °С, стабильность температуры при установившемся тепловом режиме ± 2 °С.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

4.3 Подготовка к проведению анализа

Перед началом измерений фарфоровую чашку прокаливают в муфельной печи при температуре 700 °С — 800 °С до получения постоянной массы. Охлажденную в эксикаторе чашку взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

4.4 Проведение анализа

Чистую и сухую чашку для выпаривания, доведенную до постоянной массы, взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Пипеткой, при необходимости неоднократно, помещают в нее 300 см^3 анализируемого этилового спирта из объединенной пробы и выпаривают в кипящей водяной бане до полного исчезновения жидкости. Остаток в чашке сушат в сушильном шкафу, отрегулированном на температуру (103 ± 2) °С, в течение 30 мин. После этого чашку с высушенным остатком помещают в эксикатор, охлаждают в течение 30 мин и взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

4.5 Обработка результатов определений

4.5.1 Массовую концентрацию сухого остатка в анализируемом спирте X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0)\cdot 10^6}{V_0}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса чашки с остатком после высушивания, г;

m_0 — масса сухой и чистой чашки, г;

V_0 — объем анализируемого спирта, подвергаемый высушиванию, см^3.

4.5.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

4.5.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$|X_{макс} - X_{мин}| \le CR_{0,95}, \quad (3)$$

где $X_{макс}$, $X_{мин}$ — максимальное и минимальное значения из четырех параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, мг/дм^3;

$CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и результатов определений n

$$CR_{0,95} = f(n)\sigma_r . \quad (4)$$

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6\sigma_r .$$

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют определения в соответствии с данной методикой.

4.5.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (5)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, признанных приемлемыми по формулам (2), (3), мг/дм^3;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерений, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

Среднеарифметическое значение $\overline{X}$ округляют до двух значащих цифр.

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона определений, делают следующую запись в журнале: «массовая концентрация сухого остатка в спирте менее 1 мг/дм^3 (более 20 мг/дм^3)».

Значение массовой концентрации сухого остатка, установленное в анализируемом этиловом спирте настоящим методом, относят к абсолютному этиловому спирту без его пересчета.

5 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов анализа не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов определений.

Таблица 1

Диапазон определений массовой концентрации сухого остатка в спирте, мг/дм^3	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3, при P = 0,95	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Предел повторяемости r, мг/дм^3, при n = 2, P = 0,95
От 1 до 2 включ.	1,9	0,3	0,7	0,8
Св. 2 до 5 включ.	1,8	0,5	0,8	1,4
Св. 5 до 20 включ.	1,6	0,5	0,8	1,4

6 Контроль стабильности результатов определений в лаборатории

Периодичность контроля стабильности результатов определений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Контроль стабильности результатов определений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) с применением контрольных карт Шухарта.

При этом вместо результатов, полученных с использованием стандартных образцов в лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2), обрабатывают полученные результаты параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья отдельно для диапазона определений 1—2 мг/дм^3 и объединенные результаты параллельных определений для диапазонов 2—5 и 5—20 мг/дм^3. Исходные значения стандартного отклонения повторяемости σ_r получают по методике, изложенной в ГОСТ Р 51698 (приложение В).

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы число результатов контрольных определений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля выясняют причины отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

7 Требования безопасности

7.1 Помещение, в котором проводят определения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных по ГОСТ 12.1.005.

7.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и должно быть обеспечено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.3 При проведении определений следует соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

УДК 663.5.543.06 : 006.354 ОКС 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9107 9109

Ключевые слова: спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья, сухой остаток, массовая концентрация, метод анализа, диапазон определений, высушивание, взвешивание, постоянная масса

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 09.12.2008. Подписано в печать 19.01.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 483 экз. Зак. 10.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.