
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

Б 3 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

© Стандартиформ, 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 |

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/дм³ 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

П р и м е ч а н и е — 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 ректифицированного спирта из пищевого сырья — по ГОСТ Р 52473.

4 Метод анализа

4.1 Сущность метода

Часть объединенной пробы этилового ректифицированного 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 см³ 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/дм³, рассчитывают по формуле

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

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, см³.

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

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

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, мг/дм³;

r — значение предела повторяемости, мг/дм³ (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

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (3)$$

где X_{\max}, X_{\min} — максимальное и минимальное значения из четырех параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, мг/дм³;

$CR_{0,95}$ — 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:

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

где \bar{X} — среднеарифметическое значение результатов n определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, признанных приемлемыми по формулам (2), (3), мг/дм³;

$\pm \Delta$ — границы абсолютной погрешности измерений, мг/дм³ (см. таблицу 1).

Среднеарифметическое значение \bar{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/дм³ (более 20 мг/дм³)».

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 осуществления 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 ректифицированном спирте из пищевого сырья отдельно для диапазона определений 1—2 мг/дм³ и объединенные результаты параллельных определений для диапазонов 2—5 и 5—20 мг/дм³. 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

H79

ОКСТУ 9107
9109

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.И. 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 $\frac{1}{8}$. 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., 8.