
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32930—
2014

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ, НАПИТКИ СПИРТНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения
содержания массовой концентрации фурфурола

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2014 г. № 1717-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32930—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 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

© Стандартиформ, 2015

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 Термины и определения	2
4 Сущность метода	2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы	2
6 Условия проведения измерений	3
7 Требования к квалификации операторов	3
8 Отбор и подготовка проб	3
9 Подготовка к выполнению анализа	4
10 Выполнение анализа	4
11 Обработка результатов измерений	5
12 Требования безопасности	5
13 Метрологические характеристики метода	5
14 Контроль точности результатов измерений	6
15 Оформление результатов измерений	6

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ, НАПИТКИ СПИРТНЫЕ**Спектрофотометрический метод определения содержания
массовой концентрации фурфурола**

Ethanol from food raw material, alcoholic drinks.

Spectrophotometric method for determination of furfural mass concentration

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья (далее — спирт) и спиртные напитки (висковые дистилляты, спиртные напитки из зернового сырья, получаемые методом дистилляции, и виски) и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой концентрации фурфурола.

Диапазон измерений массовой концентрации фурфурола в спирте и спиртных напитках — от 2,7 до 35,0 мг/дм³.

Диапазон измерений массовой концентрации фурфурола в спирте и спиртных напитках в пересчете на безводный этиловый спирт — от 8 до 100 мг/дм³.

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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5819—78 Реактивы. Анилин. Технические условия

ГОСТ 5962—2012 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10930—74 Реактивы. Фурфурол. Технические условия

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

ГОСТ 32013—2012 Спирт этиловый. Метод определения наличия фурфурола

ГОСТ 32036—2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 ректификованный этиловый спирт из пищевого сырья: Этиловый спирт из пищевого сырья крепостью не менее 96 %, изготавливаемый методом спиртового брожения крахмалосодержащего и сахаросодержащего сырья (за исключением фруктового) с последующей брагоректификацией бражки или ректификацией этилового спирта-сырца, а также головной фракции этилового спирта, изготавливаемой из пищевого сырья, и продуктов переработки, образующихся при производстве этилового спирта из пищевого сырья, водок, ликероводочных изделий, содержащих сопутствующие летучие примеси.

3.2 спиртной напиток из зернового сырья, получаемый методом дистилляции: Спиртной напиток крепостью не менее 35,0 % и не более 65,0 %, изготавливаемый из невыдержанных или выдержанных зерновых дистиллятов с добавлением или без добавления сахара и других сахаросодержащих продуктов, вкусоароматических компонентов, натуральных красителей, питьевой подготовленной воды, без добавления этилового ректификованного спирта, этилового спирта-сырца, алкогольной продукции.

3.3 висковый дистиллят: Зерновой дистиллят, выдержанный в дубовых бочках вместимостью не более 700 дм³ не менее трех лет.

3.4 Российский виски: Спиртной напиток из зернового сырья, крепостью не менее 40,0 %, приготавливаемый путем одной или нескольких дистилляций сброженного сусла до крепости не более 94,8 % таким образом, чтобы дистиллят имел аромат и вкус используемого сырья, с добавлением воды и карамели (колера) в виски, выдержанных не менее трех лет в дубовых бочках вместимостью не более 700 дм³.

3.5 солодовый виски: Спиртной напиток крепостью не менее 40,0 %, приготавливаемый путем одной или нескольких дистилляций сброженного солодового сусла, произведенного из солода зерновых культур, и выдержанный не менее трех лет в дубовых бочках.

3.6 зерновой виски: Спиртной напиток крепостью не менее 40,0 %, приготавливаемый путем одной или нескольких дистилляций сброженного зернового сусла, произведенного из ячменя и/или ржи, и/или пшеницы, и/или кукурузы с добавлением солода (не менее 10 % к использованному сырью), и выдержанный не менее трех лет в дубовых бочках.

3.7 купажируемый виски: Спиртной напиток крепостью не менее 40,0 %, приготавливаемый путем смешивания солодового и зернового выдержанного дистиллята, без последующей выдержки в дубовых бочках.

4 Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия фурфурола с анилином в присутствии ледяной уксусной кислоты с образованием окрашенных растворов, интенсивность окраски которых измеряют на спектрофотометре.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Спектрофотометр, спектральным диапазоном измерений 190—900 нм, диапазоном измерений оптической плотности 0,0—3,0, погрешностью установки длин волн $\pm 1,0$ нм*.

* Допускается применение фотоэлектрического лабораторного колориметра, 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 %.

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

Пипетки градуированные 1-2-2-10, 1-2-1-1 по ГОСТ 29227.

Дозатор пипеточный многофункциональный, диапазоном вместимости пипетки — 0,02—0,2 см³, устанавливаемым объемом — 0,02 см³, допустимыми значениями 0,01976—0,02024 см³, изменением объема при полном обороте калибровочного ключа ΔV (24 цены деления) — 0,0063 см³.

Дозатор пипеточный многофункциональный, диапазоном вместимости пипетки — 0,1—1 см³, устанавливаемым объемом — 0,1 см³, допустимыми значениями — 0,0984—0,1016 см³, изменением объема при полном обороте калибровочного ключа ΔV (24 цены деления) — 0,025 см³.

Дозатор пипеточный многофункциональный, диапазоном вместимости пипетки — 1—5 см³, устанавливаемым объемом — 1 см³, допустимыми значениями — 0,994—1,006 см³, изменением объема при полном обороте калибровочного ключа ΔV (24 цены деления) — 0,125 см³.

Термометр с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер с емкостью шкалы счетчика 1 мин, ценой деления 1 с и погрешностью $\pm 1,5$ с.

Штатив для пробирок.

Пробирки П4-25 ХС с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Анилин по ГОСТ 5819, ч. д. а.

Фурфурол по ГОСТ 10930, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерений, а также реактивов, по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 \pm 5;
- атмосферное давление, кПа 84,0—106,3;
- относительная влажность воздуха, % 30—80;
- напряжение переменного тока, В 220⁺²²₋₃₃;
- частота переменного тока, Гц 50 \pm 1.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера, прошедших соответствующий курс обучения и изучивших инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

8 Отбор и подготовка проб

8.1 Отбор проб

Отбор проб спирта — по ГОСТ 32036.

Отбор проб спиртных напитков — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

8.2 Подготовка проб

Пробы спиртных напитков могут иметь окраску. Для этого их подвергают перегонке на лабораторной установке для перегонки этилового спирта или автоматическом дистилляторе. Перегонку пробы спиртного напитка на автоматическом дистилляторе осуществляют по инструкции, прилагаемой к прибору.

8.3 Определение объемной доли этилового спирта в спиртных напитках после перегонки

Объемную долю этилового спирта в дистилляте определяют ареометрическим, пикнометрическим методами или с применением электронных автоматических приборов в соответствии с нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

В случае необходимости, спиртные напитки после перегонки разбавляют дистиллированной водой до объемной доли этилового спирта 35 % при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С. Объем спиртного напитка, см³, который берут для разбавления до объемной доли этилового спирта 35 %, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{V_2 \cdot X_2}{X_1}, \quad (1)$$

где V_2 — объем раствора, который необходимо приготовить, см³;
 X_2 — необходимая объемная доля этилового спирта, равная 35 %;
 X_1 — исходная объемная доля этилового спирта в изделии, %.

9 Подготовка к выполнению анализа

9.1 Приготовление основного раствора фурфурола

Пипеткой отбирают 1 см³ раствора фурфурола и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 35 %.

Срок хранения раствора в темном месте при температуре 5 °С—6 °С — не более 7 сут.

9.2 Построение градуировочного графика

Для приготовления градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеривают пипеточным дозатором 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 см³ основного раствора фурфурола и содержимое каждой колбы доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 35 %. Массовую концентрацию полученных растворов $C_{\text{масс}}$, мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C_{\text{масс}} = C_{\text{об}} \cdot 100 \cdot \rho, \quad (2)$$

где $C_{\text{об}}$ — объемная доля фурфурола, %;
 100 — коэффициент пересчета в мг/дм³;
 ρ — плотность фурфурола при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С по ГОСТ 10930, г/см³.

Массовая концентрация полученных растворов соответствует: 2,9; 5,8; 11,6; 23,2; 34,8 мг/дм³ фурфурола.

В пробирки с шлифованной пробкой вместимостью 25 см³ помещают 10 см³ градуировочного раствора, добавляют 0,5 см³ анилина, перемешивают, далее приливают 1,0 см³ ледяной уксусной кислоты. Пробирки закрывают пробкой, содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин. Далее измеряют оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 540 нм по сравнению с дистиллированной водой. Одновременно ставят холостую пробу, в которую вместо 10 см³ градуировочного раствора добавляют 10 см³ этилового спирта объемной долей 35 %.

Анализ градуировочного раствора проводят не менее трех раз и из полученных значений вычисляют среднеарифметическое значение.

По полученным значениям строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации фурфурола, мг/дм³, а на оси ординат соответствующее значение оптической плотности.

Полученная градуировочная зависимость должна быть прямолинейной.

Градуировочный график строят перед проведением измерений не реже, чем один раз в месяц или при замене партии реактивов.

Стабильность градуировочной зависимости проверяют путем анализа свежеприготовленных градуировочных растворов с массовой концентрацией фурфурола 5,8 и 23,2 мг/дм³.

Среднее значение двух параллельных анализов не должно отличаться от указанных массовых концентраций более, чем на 10 %, в случае несоответствия этому критерию градуировочную зависимость обновляют.

10 Выполнение анализа

Анализ спирта проводят в соответствии с ГОСТ 32013. В случае появления светло-розовой окраски в результате проведения анализа массовую концентрацию фурфурола в спирте определяют в соответствии с 9.2, используя вместо градуировочного раствора 10 см³ пробы спирта, разбавленной до объемной доли этилового спирта 35 % при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С.

Анализ спиртных напитков также проводят в соответствии с 9.2, используя вместо градуировочного раствора 10 см³ спиртного напитка, если спиртной напиток цветной — то его дистиллята, разбавленного до объемной доли этилового спирта 35 % при температуре (20,0 ± 0,2) °С (см. 8.3).

Выполняют два параллельных анализа.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию фурфурола в спирте или спиртных напитках находят по градуировочному графику. Далее пересчитывают на безводный спирт.

11.2 Массовую концентрацию фурфурола в пересчете на безводный этиловый спирт C , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_{\text{масс}} \cdot 100}{35}, \quad (3)$$

где $C_{\text{масс}}$ — массовая концентрация фурфурола по градуировочному графику;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

35 — объемная доля этилового спирта в пробе, %.

11.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных анализов, полученных в условиях повторяемости, при условии, что расхождение между ними, выраженное в процентах, относительно среднего значения, не превышает 25 % для значений массовой концентрации фурфурола до 10,0 мг/дм³ включительно и 17 % для концентраций, превышающих 10,0 мг/дм³. Результат измерений округляют таким образом, чтобы наименьшие разряды его числовых значений были одинаковыми с разрядами числовых значений абсолютной суммарной погрешности, содержащих не более двух значащих цифр.

12 Требования безопасности

При проведении измерений следует соблюдать:

- требования электробезопасности — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт, и инструкции по эксплуатации приборов;
- требования взрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.010;
- требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами, — по ГОСТ 12.1.007.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

13 Метрологические характеристики метода

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации фурфурола, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы* относительной погрешности) $\pm \delta$, %	Критическая разность для результатов, полученных в двух разных лабораториях $CD_{0,95}$, %
От 2,7 до 10,0 включ.	7	9	18	25
Св. 10,0 до 35,0	5	6	12	17

* Установленные численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в процентах) U_{95} при коэффициенте охвата $k = 2$.

14 Контроль точности результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых анализов регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

15 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результат измерений массовой концентрации фурфурола \bar{C} , мг/дм³, представляют в виде

$$\bar{C} \pm \Delta \text{ либо } \bar{C} \pm U,$$

где \bar{C} — среднеарифметическое значение результатов измерений, полученное по 11.3, мг/дм³;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений (при $P = 0,95$) массовой концентрации фурфурола, мг/дм³, вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0,01 \delta \bar{C},$$

где δ — относительная погрешность измерений (при $P = 0,95$) массовой концентрации фурфурола (см. таблицу 1), %;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$, мг/дм³, вычисляемая по формуле

$$U = 0,01 U_{\text{отн}} \bar{C},$$

где $U_{\text{отн}}$ — расширенная неопределенность, %, при коэффициенте охвата $k = 2$ (см. таблицу 1).

Допускается результат измерений представлять в виде

$$\bar{C} \pm \Delta_{\text{лаб}}, \text{ мг/дм}^3, \text{ при условии } \Delta_{\text{лаб}} < \Delta,$$

где $\Delta_{\text{лаб}}$ — значение показателя точности измерений (границы абсолютной погрешности измерений при $P = 0,95$), установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений;

$$\text{либо } \bar{C} \pm U_{\text{лаб}}, \text{ мг/дм}^3, \text{ при условии } U_{\text{лаб}} < U,$$

где $U_{\text{лаб}}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

УДК 661.722.001.4:006.354

МКС 67.160.10

Н74

Ключевые слова: спирт этиловый, напитки спиртные, фурфурол, анилин, уксусная ледяная кислота, метрологические характеристики, сходимость, воспроизводимость

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.В. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 13.03.2015. Подписано в печать 25.03.2015. Формат 60×84^{1/8}. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 43 экз. Зак. 1389.

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