



**ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ
ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ**

Газохроматографический экспресс-метод определения
содержания токсичных микропримесей

**ГАРЭЛКА І СПІРТ ЭТЫЛАВЫ
З ХАРЧОВАЙ СЫРАВІНЫ**

Газахраматаграфічны экспрэс-метад вызначэння
ўтрымання таксічных мікрапрымесяў

Издание официальное



Ключевые слова: водка, спирт этиловый, альдегид уксусный (ацетальдегид), этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), метиловый эфир уксусной кислоты (метилацетат), спирт метиловый (метанол), спирт изопропиловый (2-пропанол), спирт пропиловый (1-пропанол), спирт изобутиловый (2-метил-1-пропанол), спирт бутиловый (1-бутанол), спирт изоамиловый (3-метил-1-бутанол), хроматограмма анализа, метод газохроматографический

Библиографические данные (Измененная редакция, Изм. № 1)

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН техническим комитетом по стандартизации Российской Федерации ТК 176 «Спиртовая и ликеро-водочная продукция», Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии (ВНИИПБТ), Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхоза Российской Федерации

2 ПОДГОТОВЛЕН к введению в качестве государственного стандарта научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»

ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации, метрологии и сертификации Республики Беларусь

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Государственного комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Республики Беларусь от 30 мая 2001 г. № 19

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 2020 г.) с ИЗМЕНЕНИЕМ № 1, утвержденным в декабре 2006 г. (ИУ ТНПА № 12-2006), Поправками (ИУС РБ № 6-2001, ИУС РБ № 7-2004, ИУ ТНПА № 5-2007)

© Госстандарт, 2020

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь

Издан на русском языке

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ**
Газохроматографический экспресс-метод определения
содержания токсичных микропримесей**ГАРЭЛКА І СПІРТ ЭТЫЛАВЫ З ХАРЧОВАЙ СЫРАВІНЫ**
Газахраматаграфічны экспрэс-метад вызначэння ўтрыманьня
таксічных мікрапрымесьяўVodka and ethanol from food raw material
Gas-chromatographic express-method for determination of toxic
microadmixture content

Наименование стандарта (Измененная редакция, Изм. № 1)

Дата введения 2002-11-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водку и этиловый спирт из пищевого сырья и устанавливает газохроматографический метод определения содержания токсичных микропримесей с использованием капиллярных колонок (для определения метилового спирта, сивушного масла, уксусного альдегида, сложных эфиров), присутствие которых характерно для водки и этилового спирта из пищевого сырья. Метод пригоден для определения токсичных микропримесей в особых водках и в отгонах, полученных из ликеро-водочных изделий.

Раздел 1 (Измененная редакция, Изм. № 1)**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

СТБ ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

СТБ 8001-93 * Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Государственные испытания средств измерений. Основные положения. Организация и порядок проведения

СТБ ИСО/МЭК 17025-2001 ** Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 3022-80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5363-93 Водка. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 5964-93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

* Отменен. Действует ТКП 8.001-2012 (03220).

** Отменен. Действует ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 17433-80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ТНПА по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Раздел 2 (Измененная редакция, Изм. № 1, Поправка)

3 Отбор проб и подготовка образцов

3.1 Отбор проб для анализа водки – по ГОСТ 5363; для анализа спирта – по ГОСТ 5964.

3.2 Готовят образец водки или спирта. Для этого из одной бутылки водки или спирта, направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 см³, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 1 см³ вносят 1 см³ продукта.

3.3 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы, направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят образец водки или спирта по 3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.4 Анализ образца водки или спирта проводят по 4.4.3.

4 Метод измерений

4.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении микропримесей в образце спирта или водки и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором. Продолжительность анализа – 15–25 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ г С/с.

Государственные стандартные образцы (ГСО № 8404-2003) состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС). Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики ГСО – в соответствии с приложением А.

Государственные стандартные образцы (ГСО № 8405-2003) состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РС). Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики ГСО – в соответствии с приложением Б.

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 мм³.

Пипетка 2-2-1 – по ГОСТ 29169.

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

Компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение.

Колонка хроматографическая капиллярная НР-FFAP (США) 50 м · 0,32 мм · 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

Газ-носитель – азот о. ч. по ГОСТ 9293. Допускается использовать генераторы азота.

Водород технический марки А – по ГОСТ 3022. Допускается использовать генераторы водорода.

Воздух сжатый – по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Допускается применение других средств измерений, прошедших метрологическую поверку или государственное испытание по СТБ 8001 и внесенных в Государственный реестр средств измерений Республики Беларусь и оборудования, аттестованного в Республике Беларусь, с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже указанных.

Пункт 4.2 (Измененная редакция, Изм. № 1)