

ГОСТ Р 51762—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

# ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

## Газохроматографический метод определения содержания летучих кислот и фурфурола

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва



Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая и ликероводочная продукция», Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии (ВНИИПБТ), Департаментом пищевой, перерабатывающей промышленности и детского питания Минсельхоза РФ

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 15 июня 2001 г. № 236-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ИЗДАНИЕ (март 2006 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 2004 г. (ИУС 12—2004)

© ИПК Издательство стандартов, 2001

© Стандартиформ, 2006

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

II

## ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

## Газохроматографический метод определения содержания летучих кислот и фурфурола

Vodka and ethanol from food raw material.  
Gas-chromatographic method for determination of carbonic acids and furfural content

Дата введения 2002—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водку и этиловый спирт из пищевого сырья (далее — спирт) и устанавливает газохроматографический метод определения содержания летучих кислот (уксусной, пропионовой, изомасляной, масляной, изовалериановой, валериановой) и фурфурола с использованием капиллярных колонок.

Диапазон измеряемых массовых концентраций — от 0,5 до 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

Установленный настоящим стандартом метод в части определения фурфурола в спирте применяют при решении разногласий в оценке качества.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие 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 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- 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
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
- ГОСТ 10930—74 Фурфурол. Технические условия
- ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
- ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29224—91 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения
- ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений
- ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
- ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Издание официальное

1

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

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

Разделы 1, 2 (Измененная редакция, Изм. № 1).

### 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, направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 см<sup>3</sup>, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> вносят 1 см<sup>3</sup> 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 и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — не более 15 мин.

#### 4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

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

Микрошприц вместимостью 1 мм<sup>3</sup>, 5 мм<sup>3</sup> и 10 мм<sup>3</sup>.

Колба 2—500-2 по ГОСТ 1770.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 25—200 мм<sup>3</sup>, номер по Госреестру средств измерений № 19847—00.

Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 0,5—10 мм<sup>3</sup>, номер по Госреестру средств измерений № 19847—00.

Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1 °С, пределы измерения 0 °С—55 °С по ГОСТ 29224.

Микровials вместимостью 2 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

Компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение.

Колонка газохроматографическая капиллярная НР-FFAP(США) 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм.

Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенным на рисунках 1, 2.

Газ-носитель — азот особой чистоты 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 воздушные компрессоры, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Фурфурол по ГОСТ 10930.

Кислота пропионовая [1].



- Кислота изомасляная [2].
- Кислота масляная [3].
- Кислота изовалериановая [4].
- Кислота валериановая [5].

Склянка для хранения градуировочной смеси любого типа с пробкой, обеспечивающей герметичность.

Допускается применение других средств измерений, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не хуже указанных.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.3.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

##### 4.3.2 Кондиционирование капиллярной колонки

4.3.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 0,072—0,144 дм<sup>3</sup>/ч при температуре термостата колонок 180 °С в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

4.3.2.2 Перед проведением анализов на содержание летучих кислот и фурфурола в спирте и водках проводят кондиционирование колонки при температуре термостата колонок 180 °С до стабилизации нулевой линии.

##### 4.3.3 Приготовление градуировочных смесей

4.3.3.1 Прибор градуируют по искусственным смесям методом абсолютной градуировки.

4.3.3.2 При отсутствии готовых аттестованных градуировочных смесей определяемых веществ в спирте и водке их готовят из веществ массовой долей основного вещества не менее 98 % на этиловом ректифицированном спирте или на водно-спиртовом растворе этилового ректифицированного спирта объемной долей 40 %, используемых в качестве растворителя.

4.3.3.3 Приготовление градуировочных смесей для анализа спирта и водок на содержание летучих кислот

Градуировочная смесь должна содержать следующие вещества: уксусную, пропионовую, изомасляную, масляную, изовалериановую, валериановую кислоты.

4.3.3.3.1 Приготовление градуировочных смесей летучих кислот объемной долей веществ 0,001 %

###### 4.3.3.3.1.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного спирта и микродозатором вносят по 0,01 см<sup>3</sup> каждого чистого вещества, меняя наконечники перед отбором каждого вещества.

4.3.3.3.1.2 Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки этиловым ректифицированным спиртом и выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин.

###### 4.3.3.3.1.3 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и микродозатором вносят по 0,01 см<sup>3</sup> каждого чистого вещества, меняя наконечники перед отбором каждого вещества.

4.3.3.3.1.4 Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин.

4.3.3.3.2 Приготовление градуировочных смесей летучих кислот объемной долей веществ 0,0005 %

###### 4.3.3.3.2.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного спирта и колбой вместимостью 500 см<sup>3</sup> количественно переносят 500 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.1.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.2.

###### 4.3.3.3.2.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректифицированного спирта 40 % и колбой вместимостью 500 см<sup>3</sup> количественно переносят 500 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.1.3. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.4.

4.3.3.3.3 Приготовление градуировочных смесей летучих кислот объемной долей веществ 0,0001 %

4.3.3.3.3.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.1.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.2.

4.3.3.3.3.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и пипеткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей веществ 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.3.1.3. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.4.

4.3.3.3.1—4.3.3.3.2 (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3.3.4—4.3.3.3.4.2 (Исключены, Изм. № 1).

4.3.3.4 Приготовление градуировочных смесей для анализа спирта и водок для определения содержания фурфурола

4.3.3.4.1 Приготовление градуировочных смесей объемной долей фурфурола 0,001 %

4.3.3.4.1.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> этилового ректификованного спирта и микродозатором вносят 0,01 см<sup>3</sup> фурфурола. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.2.

4.3.3.4.1.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и микродозатором вносят 0,01 см<sup>3</sup> фурфурола. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.4.

4.3.3.4.2 Приготовление градуировочных смесей объемной долей фурфурола 0,0005 %

4.3.3.4.2.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> этилового ректификованного спирта и колбой вместимостью 500 см<sup>3</sup> количественно переносят 500 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей фурфурола 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.4.1.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.2.

4.3.3.4.2.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и колбой вместимостью 500 см<sup>3</sup> количественно переносят 500 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей фурфурола 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.4.1.2. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.4.

4.3.3.4.3 Приготовление градуировочных смесей объемной долей фурфурола 0,0001 %

4.3.3.4.3.1 Градуировочная смесь для анализа спирта

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей фурфурола 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.4.1.1. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.2.

4.3.3.4.3.2 Градуировочная смесь для анализа водок

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 250 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и пипеткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей фурфурола 0,001 %, приготовленной по 4.3.3.4.1.2. Далее повторяют операции по 4.3.3.3.1.4.

4.3.3.4.1—4.3.3.4.3.2 (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3.4.4—4.3.3.4.4.2 (Исключены, Изм. № 1).

4.3.4 Градуировочные смеси готовят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу.

4.3.5 Градуировочную смесь хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде. Срок хранения — 6 мес.

#### 4.4 Выполнение измерений

4.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура термостата колонок, °С . . . . .	130—160
температура испарителя (инжектора), °С . . . . .	200—220
коэффициент деления потока . . . . .	40:1

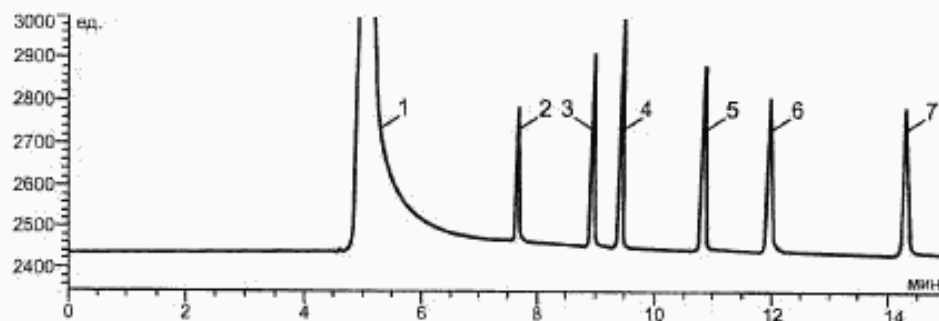
температура детектора, °С	220—250
скорость потока газа-носителя (азот), дм <sup>3</sup> /ч	0,072—0,144
скорость потока воздуха, дм <sup>3</sup> /ч	18
скорость потока водорода, дм <sup>3</sup> /ч	1,8
объем пробы, мм <sup>3</sup>	0,5—1

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры, обеспечивающих разделение веществ, аналогичное приведенным на рисунках 1, 2.

#### 4.4.2. Градуировка хроматографа

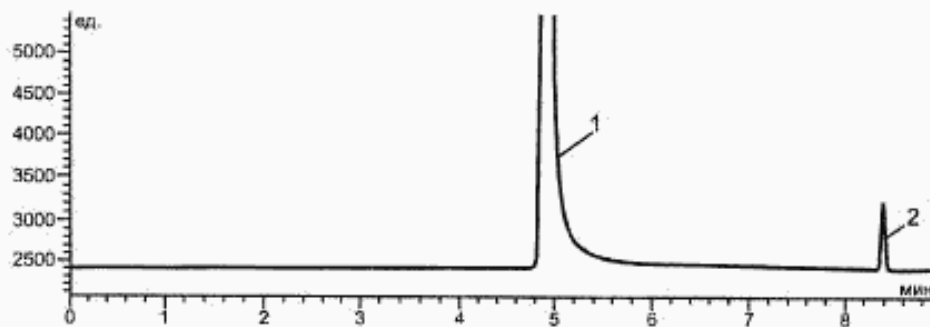
Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций.

Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси на содержание летучих кислот представлена на рисунке 1, на содержание фурфурола — на рисунке 2.



1 — этиловый спирт; 2 — уксусная кислота; 3 — пропионовая кислота; 4 — изомасляная кислота; 5 — масляная кислота; 6 — изовалериановая кислота; 7 — валериановая кислота

Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси на содержание летучих кислот, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой HP-FFAP



1 — этиловый спирт; 2 — фурфурол

Рисунок 2 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси на содержание фурфурола, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой HP-FFAP

Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения.



Для пересчета объемной доли  $X$ , %, определяемого вещества градуировочной смеси в массовую концентрацию  $c$ , мг/дм<sup>3</sup>, используют формулу

$$c = X 10000 \rho, \quad (1)$$

где  $\rho$  — плотность данного вещества, г/см<sup>3</sup>;

10000 — множитель для пересчета объемной доли, %, в массовую концентрацию, мг/дм<sup>3</sup>.

Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значения градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

#### 4.4.3 Анализ образца

Перед проведением анализа образца проводят «холостой» анализ (без ввода образца) в условиях, указанных в 4.4.1. При наличии пиков проводят кондиционирование колонки по 4.3.2.2.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10 мм<sup>3</sup>, 5 мм<sup>3</sup> или 1 мм<sup>3</sup> вводят 1 мм<sup>3</sup> образца водки или спирта и выполняют хроматографическое разделение смеси в условиях, указанных в 4.4.1.

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси на содержание летучих кислот.

Регистрируют пики в области времени удерживания фурфурола градуировочной смеси на содержание фурфурола. Считают, что вещество отсутствует в анализируемом образце водки или спирта, если отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума не превышает значение 2:1.

Образец анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1.

#### 4.4.2, 4.4.3 (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Диапазоны измеряемых массовых концентраций летучих кислот и фурфурола, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности метода приведены в таблице 1.

Таблица 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) $\sigma_{R1}$ , %	Предел повторяемости $r_p$ , % ( $P = 0,95$ ; $n = 2$ )	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) $\sigma_{R2}$ , %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$ , % ( $P = 0,95$ )
Летучие кислоты: уксусная, мг/дм <sup>3</sup>	От 0,5 до 10 включ. Св. 10 « 1000 »	5 4	15 12	7 6	15 12
пропионовая, мг/дм <sup>3</sup>	То же	То же	То же	То же	То же
изомасляная, мг/дм <sup>3</sup>	»	»	»	»	»
масляная, мг/дм <sup>3</sup>	»	»	»	»	»
изовалериановая, мг/дм <sup>3</sup>	»	»	»	»	»
валериановая, мг/дм <sup>3</sup>	»	»	»	»	»
Фурфурол, мг/дм <sup>3</sup>	»	»	»	»	»

\* ОСКО — относительное среднее квадратическое отклонение.

#### (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5.1а За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации  $i$ -го вещества, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле



$$\frac{2 \cdot |C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \leq r_i, \quad (1a)$$

где 2 — число параллельных определений;  
 $C_{i1}, C_{i2}$  — результаты параллельных определений массовой концентрации  $i$ -го вещества в анализируемой пробе, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $r_i$  — значение предела повторяемости (таблица 1)  $i$ -го вещества, %;  
 100 — множитель для пересчета в проценты.

Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 4.4.3.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

4.5.2 Результаты измерений содержания летучих кислот и фурфурола выражают:

- уксусной, пропионовой, изомасляной, масляной, изовалериановой, валериановой кислот и фурфурола — в миллиграммах на кубический дециметр, в пересчете на безводный спирт.

При пересчете на безводный спирт результаты умножают на коэффициент пересчета П, определяемый по формуле

$$П = 100 : P, \quad (2)$$

где  $P$  — объемная доля этилового спирта в определяемом образце, %;  
 100 — объемная доля безводного спирта, %.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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

$$C_{icp}, \text{ мг/дм}^3, P = 0,95, \pm \delta,$$

где  $C_{icp}$  — среднеарифметическое  $n$  результатов измерений массовой концентрации  $i$ -го вещества, признанных приемлемыми, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\pm \delta$  — границы относительной погрешности, % (таблица 1).

В случае, если содержание компонента ниже [при выполнении условия: отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума, превышающему значение 2:1] или выше границ диапазона измеряемых массовых концентраций, предусмотренных настоящим стандартом (таблица 1), результаты представляют в виде  $C_{icp} < 0,5 \text{ мг/дм}^3$  или  $C_{icp} > 1000 \text{ мг/дм}^3$  для  $i$ -го вещества.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

**4.6 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости**  
**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.6.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

4.6.2 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы по 3.1, оставленные на хранение.

4.6.3 Приемлемость результатов анализа, полученных в двух лабораториях в соответствии с 4.4.3 и 4.5, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью  $CD_{0,95}$ :

$$|C_{icp1} - C_{icp2}| \leq CD_{0,95}, \quad (3)$$

где  $C_{icp1}, C_{icp2}$  — средние значения массовой концентрации  $i$ -го вещества, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $CD_{0,95}$  — значение критической разности для массовой концентрации  $i$ -го вещества, мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot C_{icp1,2} \cdot \sqrt{\sigma_{Ri}^2 - \sigma_{ni}^2 \left( 1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right)}, \quad (3a)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ Р ИСО 5725-6;

0,01 — множитель для перехода от процентов к абсолютным значениям массовой концентрации;

$\sigma_{Ri}$ ,  $\sigma_{ri}$  — показатели воспроизводимости и повторяемости (таблица 1) для  $i$ -го вещества;

$n_1$ ,  $n_2$  — число единичных результатов (параллельных определений) в первой и второй лабораториях;

$C_{icp1,2}$  — среднеарифметические значения массовой концентрации  $i$ -го вещества, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм<sup>3</sup>:

$$C_{icp1,2} = \frac{C_{cp1} + C_{cp2}}{2} . \quad (36)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, приводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их общее среднее значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. При разногласиях руководствуются 5.3.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

4.6.1—4.6.3 (Введены дополнительно, Изм. № 1).

#### 4.7 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта (пример построения их приведен в ГОСТ Р 51698, приложение В).

В связи с единичными случаями присутствия в образцах водки или этилового спирта летучих кислот и фурфурола построение карты Шухарта проводят по результатам определений массовой концентрации 2-пропанола или объемной доли метилового спирта в готовой продукции по 4.7 ГОСТ Р 51698.

При неудовлетворительных результатах контроля: превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения — выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с 4.2 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 и по 7.1.1 ГОСТ Р 8.563.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7.1—4.7.4.2 (Исключены, Изм. № 1).

## 5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе следует соблюдать:

- правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением [6];
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

К работе на газовом хроматографе допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой газохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(справочное)

## Библиография

- [1] ТУ 6-09-1684—72 Пропионовая кислота
- [2] ТУ 6-09-1653—86 Изомасляная кислота
- [3] ТУ 6-09-530—75 Масляная кислота
- [4] ТУ 6-09-2648—78 Изовалериановая кислота
- [5] ТУ 6-09-528—75 Валериановая кислота
- [6] ПБ 03—576—03 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором России. М., Изд-во ГУП «Научно-технический центр по безопасности промышленности Госгортехнадзора России», 2003 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (Измененная редакция, Изм. № 1).

Ключевые слова: водка, этиловый спирт, летучие кислоты, уксусная кислота, пропионовая кислота, изомасляная кислота, масляная кислота, изовалериановая кислота, валериановая кислота, фурфурол, градуировочная смесь, хроматограмма анализа, газохроматографический метод

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *О.Н. Власова*  
Корректор *М.В. Бушная*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.02.2006. Подписано в печать 22.03.2006. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 140 экз. Зак. 174. С 2610.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «Стандартинформ»

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.