|  |
| --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ(ЕАСС)EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION(EASC)** |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ** | **ГОСТ\_\_\_\_\_\_\_\_—2024** |

**Продукция алкогольная, изготовленная с использованием косточковых плодов, вкусоароматических веществ. Метод определения синильной (цианистоводородной) кислоты**

*Настоящий стандарт не подлежит применению до его принятия*

**Минск 2024**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Федеральным бюджетным учреждением «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в г. Москве и Московской области» (ФБУ «Ростест-Москва»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 91 «Пивобезалкогольная и винодельческая продукция»

3 ПРИНЯТЕвразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № )

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страныпо МК (ИСО 3166) 004 – 97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
| Азербайджан | AZ | Азгосстандарт |
| Армения | AM | Минэкономразвития и инвестиций Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Грузия | GE | Грузстандарт |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-стандарт |
| Российская Федерация  | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Туркмения | TM | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Узбекистан | uz | Узстандарт |
| Украина | UA | Госпотребстандарт Украины |
| Азербайджан | AZ | Азгосстандарт |
| Армения | AM | Минэкономразвития и инвестиций Республики Армения |

4 ВВЕДЕН впервые

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

*Информация о введении в действие (прекращении действия настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».*

**Содержание**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | Область применения . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| 2 | Нормативные ссылки . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . .  |  |
| 3 | Сущность метода . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . .  |  |
| 4 | Требования безопасности . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . .  |  |
| 5 | Условия проведения испытаний . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . .  |  |
| 6 | Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . ..  |  |
| 7 | Отбор проб . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| 8 | Подготовка к проведению испытаний. . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| 9 | Проведение испытаний . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| 10 | Обработка результатов измерений . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| 11 | Метрологические характеристики. . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . .  |  |
| 12 | Контроль качества результатов измерений . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| 13 | Оформление результатов измерений. . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . . |  |
| Приложение А (справочное) Прибор для перегонки алкогольной продукции. |  |

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**Продукция алкогольная, изготовленная с использованием косточковых плодов, вкусоароматических веществ. Метод определения синильной**

**(цианистоводородной) кислоты**

Alcoholic products made using stone fruits, flavoring substances.

Method for the determination of prussic (hydrocyanic) acid

 **Дата введения —**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию, изготовленную с использованием косточковых плодов, вкусоароматических веществ и устанавливает метод определения массовой концентрации производных синильной (цианистоводородной) кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту фотоколориметрическим методом.

Диапазон измерений массовой концентрации производных синильной (цианистоводородной) кислоты составляет от 0,010 до 0,20 мг/дм3. При содержании производных синильной кислоты свыше 0,20 мг/дм3 пробу разбавляют таким образом, чтобы концентрация анализируемых компонентов была в пределах указанного диапазона.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4139 Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 6552 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 <\*> Вода дистиллированная. Технические условия

--------------------------------

<\*> Утратил силу на территории Российской Федерации. С 01.07.2019 действует ГОСТ Р 58144-2018 "Вода дистиллированная. Технические условия".

ГОСТ 13647 Реактивы. Пиридин. Технические условия

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

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

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

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

ГОСТ 29169 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31730-2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31863 Вода питьевая. Метод определения содержания цианидов

ГОСТ 32080-2013 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (и классификаторов) на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Сущность метода**

Метод измерений основан на окислении цианистоводородной кислоты, полученной в результате проведения кислотного гидролиза производных синильной кислоты, хлорамином Т до хлорциана с последующим образованием фиолетового красителя при взаимодействии со смешанным реагентом (пиридин-1,3-диметилбарбитуровая кислота). Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют при длине волны 590 нм. При анализе окрашенных спиртных напитков их необходимо предварительно перегнать.

**4 Требования безопасности**

4.1 При выполнении испытаний следует соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

4.2 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работа с химическими реактивами должна проводиться в вытяжном шкафу.

4.3 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

**5 Условия проведения испытаний**

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) ºС;

- относительная влажность воздуха от 45 % до 80 %;

- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;

- частота переменного тока (50 ± 0,5) Гц;

- напряжение в сети (220 ±$ \begin{matrix}22\\33\end{matrix} $) В.

**6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы**

6.1 Средства измерений

6.1.1 Фотометр, спектрофотометр, фотоэлектроколориметр, фотометрический анализатор (далее - прибор), позволяющие измерять оптическую плотность раствора при длине волны 590 нм в оптических кюветах толщиной поглощающего слоя 1 см.

6.1.2 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с наименьшим пределом взвешивания 0,001 г.

6.1.3 Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100 и 1000 см3 по ГОСТ 1770.

6.1.4 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10 и 20 см3 по ГОСТ 29169.

6.1.5 Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2 и 5 см3 по ГОСТ 29227.

6.1.6 Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 100 и 500 см3 по ГОСТ 1770.

6.1.7 Термометры жидкостные стеклянные с ценой деления 0,1 °С и 0,5 °С по ГОСТ 28498.

6.1.8 Ареометры стеклянные для спирта типа АСП-1 или АСП-2 по ГОСТ 18481.

6.1.9 Государственный стандартный образец состава водного раствора роданид-ионов ГСО 7618-99 с допускаемой погрешностью аттестованного значения не более ± 1%.

Примечание – Допускается использование других средств измерений, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

6.2 Вспомогательные устройства и материалы

6.2.1 Колбы плоскодонные типа П-1 вместимостью 100, 250 и 500 см3 поГОСТ 25336.

6.2.2 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336.

6.2.3 Стаканы термостойкие типа В-1 вместимостью 50, 100 см3 по ГОСТ 25336.

6.2.4 Холодильник бытовой.

6.2.5 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

6.2.6 Сосуды из темного стекла или полимерного материала с завинчивающейся пробкой вместимостью не менее 500 см3.

6.2.7 Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

6.2.8 Зажимы винтовые.

6.2.9 Устройство для нагревания колб с выходной мощностью не менее 600 Вт.

6.2.10 Трубки резиновые или силиконовые.

6.2.11 Холодильник стеклянный лабораторный ХШ-3-400 ХС или ХПТ-3-400 по ГОСТ 25336.

6.2.12 Каплеуловитель КО-14/23-60 ХС или КО-14/23-100 ХС по ГОСТ 25336.

6.2.13 Колбы К-1-500-29/32 ТС, К-1-1000-29/32 ТС или П-1-500-29/32 ТС,
П-1-250-29/32 ТС и П-1-1000-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

6.2.14 Цилиндры 1-50/335 или 3-50/335 по ГОСТ 18481.

6.2.15 Перегонный аппарат, состоящий из колбы вместимостью 500 см3 со стандартной притертой пробкой, каплеуловителя, холодильника стеклянного лабораторного, источника тепла. Допускается применять перегонный аппарат иной конструкции, отвечающий следующим требованиям: после пятикратной перегонки водноспиртовой смеси с объемной долей спирта 10 %, объемная доля этилового спирта в дистилляте должна быть не менее 9,9 %; потеря спирта после разовой перегонки не должна превышать 0,02 % объемной доли.

6.2.16 Бумага универсальная индикаторная.

Примечание – Допускается использование вспомогательного оборудования с аналогичными техническими характеристиками и материалов по качеству не хуже указанных.

**6.3 Реактивы**

6.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.3.2 Спирт этиловый по ГОСТ 5962.

6.3.3 Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х.ч. или ч.д.а.

6.3.4 Хлорамин Т, ч.д.а.

6.3.5 Пиридин по ГОСТ 13647, ч.д.а.

6.3.6 Кислота 1,3-диметилбарбитуровая, ч.д.а.

6.3.7 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

6.3.8 Калий роданистый (тиоцианат калия) по ГОСТ 4139, ч.д.а.

Примечание – Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

**7 Отбор проб**

Отбор проб алкогольной продукции производится в соответствии с
ГОСТ 32080 и ГОСТ 31730.

Для проведения анализа содержания производных синильной кислоты используют две бутылки с объединенной пробой из четырех, отобранных по п. 4.1 ГОСТ 32080 или по п. 5.1 или п. 5.2 ГОСТ 31730. Содержимое этих двух бутылок соединяют, перемешивают и анализируют.

**8 Подготовка к проведению испытаний**

**8.1 Приготовление растворов**

**8.1.1 Приготовление раствора ортофосфорной кислоты с массовой долей 25 %**

В мерный стакан вместимостью не менее 200 см3 вносят 50 см3 дистиллированной воды и медленно порциями при помешивании добавляют 29 см3 концентрированной ортофосфорнойкислоты. После охлаждения приготовленный раствор осторожно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре – 6 месяцев.

**8.1.2 Приготовление раствора хлорамина Т с массовой долей 3 %**

В мерную колбу вместимостью 100 см3 помещают хлорамин Т массой 3,0 г (взвешивают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

**8.1.3 Приготовление раствора смешанного реагента**

Помещают 3,658 г (взвешивают до третьего десятичного знака)
1,3-диметилбарбитуровой кислоты в мерную колбу вместимостью 50 см3, добавляют 15 см3 пиридина, тщательно перемешивают. Добавляют 3 см3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой, вновь перемешивают.

Срок хранения раствора в темном месте в стеклянной посуде с плотно закрытой крышкой при комнатной температуре – 1 день, в холодильнике – 7 дней.

**8.1.4 Приготовление раствора этилового спирта с объемной долей 40 %**

В мерную колбу вместимостью 500 см3 вносят 208 см3 этанола крепостью 96,3 % об. и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора – 6 месяцев.

**8.1.5 Приготовление раствора роданид-ионов с массовой концентрацией 43,0 мг/дм3, эквивалентной массовой концентрацией цианистоводородной кислоты 20 мг/дм3** (в соответствии с ГОСТ 31863)

Концентрацию цианистоводородной кислоты в мг/дм3, эквивалентную концентрации роданид-ионов, вычисляют по формуле:

|  |  |
| --- | --- |
| $$C\_{HCN}=\frac{C\_{CNS^{-}}}{2,15},$$ | *(1)* |
| где $C\_{CNS^{-}}$ - концентрация роданид-ионов в растворе, мг/дм3. |  |

Для приготовления раствора с массовой концентрацией роданид-ионов используют ГСО с массовой концентрацией роданид-ионов 1,00 мг/см3, что соответствует 0,465 мг/дм3 цианистоводородной кислоты.

Вскрывают ампулу ГСО с массовой концентрацией роданид-ионов 1,00 мг/см3 и еесодержимое переносят в пробирку. Отбирают 4,3 см3 раствора с помощью градуированной пипетки вместимостью 5 см3 и переносят этот объем в мерную колбу вместимостью 100 см3. Доводят объем в колбе до метки раствором этилового спирта (п. 8.1.4) и перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла при комнатной температуре – не более недели, в холодильнике – в течение 2 недель.

**8.1.6 Приготовление раствора роданид-ионов с массовой концентрацией
4,3 мг/дм3, эквивалентной массовой концентрацией цианистоводородной кислоты 2 мг/дм3** (в соответствии с ГОСТ 31863)

С помощью пипетки с одной отметкой вместимостью 10 см3 отбирают 10 см3 раствора с массовой концентрацией роданид-ионов 43,0 мг/дм3 (п. 8.1.5), вносят этот объем в мерную колбу вместимостью 100 см3, доводят объем в колбе до метки раствором этилового спирта (п. 8.1.4) и перемешивают.

Раствор используют в день приготовления.

8.2 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см3 вносят примерно по 50 см3 раствора этилового спирта (п. 8.1.4). С помощью градуированных пипеток вместимостью вносят 0,0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см3 раствора с массовой концентрацией роданид-ионов 4,3 мг/дм3 (п. 8.1.6), доводят объемы растворов в колбах до метки раствором этилового спирта (п. 8.1.4) и перемешивают. Содержание роданид-ионов и эквивалентной им массовой концентрации цианистоводородной кислоты в полученных градуировочных растворах соответствует значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 - Градуировочные растворы

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № п/п | Объем раствора с массовой концентрацией роданид-ионов 4,3 мг/дм3, см3 | Массовая концентрация роданид-ионов в градуировочном растворе, мг/дм3 | Эквивалентная концентрация цианистоводородной кислоты в градуировочном растворе, мг/дм3 |
| 1 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 1 | 0,043 | 0,02 |
| 3 | 2,5 | 0,108 | 0,05 |
| 4 | 5 | 0,215 | 0,10 |
| 5 | 7,5 | 0,323 | 0,15 |
| 6 | 10 | 0,430 | 0,20 |

**8.3 Установление градуировочной характеристики**

Подготовку прибора к проведению измерений проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

С помощью пипетки с одной меткой вместимостью 25 см3 отбирают 25 см3 каждого из градуировочных растворов, вносят их в конические колбы вместимостью 50 см3. В каждую колбу добавляют 1 см3 хлорамина Т (п. 8.1.2), закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают в течение 60 секунд. После этого в каждую колбу добавляют 3 см3 раствора смешанного реагента (п. 8.1.3), перемешивают, закрывают пробкой, выдерживают 10 минут и приступают к измерениям согласно 10.

Измеряют не менее трех раз оптическую плотность каждого из градуировочных растворов, при длине волны 590 нм, используя в качестве раствора сравнения раствор, приготовленный с добавлением всех используемых реагентов, и не содержащий роданид-ионов.

По полученным значениям устанавливают градуировочную характеристику в координатах оптическая плотность – массовая концентрация цианистоводородной кислоты (мг/дм3).

Градуировку во всем диапазоне измеряемых концентраций проводят не реже 1 раза в 3 месяца, а также при замене реактивов, после проведения ремонта прибора, после длительного простоя прибора (2 недели и более).

**8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц. Образцами для контроля являются вновь приготовленные градуировочные растворы (не менее трех растворов). Массовую концентрацию производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту в растворах для контроля определяют, используя ранее установленную градуировочную характеристику.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия:

|  |  |
| --- | --- |
| $$\frac{\left|X\_{изм}-X\_{K}\right|∙100}{X\_{K}}\leq K,$$ | *(2)* |

где Хизм – измеренная массовая концентрация производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту в контрольном растворе, мг/дм3;

Хк – массовая концентрация производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту в контрольном растворе, мг/дм3;

К – норматив контроля, рассчитанный по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | К= 0,5 · 𝛿, | (3) |

где 𝛿 – показатель точности, % (таблица 1).

Если условие стабильности не выполняется для одного контрольного раствора, то проводят повторное измерение этого раствора с целью исключения грубой ошибки. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново.

9 Проведение испытаний

**9.1 Подготовка пробы**

Подготовка пробы должна выполняться в соответствии с требованиями ГОСТ 32080 или ГОСТ 31730. Одновременно анализируют две аликвотные части пробы. Отобранные с помощью мерной колбы 250 см3 пробы алкогольной продукции вносят в перегонную колбу вместимостью 500 см3. Мерную колбу ополаскивают два-три раза дистиллированной водой, перенося содержимое в перегонную колбу с таким расчетом, чтобы объем дистиллированной воды не превышал 60 – 100 см3, добавляют 10 см3 раствора ортофосфорной кислоты с массовой долей 25 % (п. 8.1.1). Колбу немедленно помещают в перегонный аппарат. Перегонку проводят с использованием установки, приведенной в приложении А.

Приемной колбой служит та же мерная колба, в которую отбирали анализируемую пробу. В нее вносят 10 – 15 см3 дистиллированной воды и погружают узкий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в баню с холодной водой и (или) льдом и начинают перегонку. После заполнения приемной колбы примерно наполовину ее объема колбу опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 см3 дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора. После заполнения приемной колбы дистиллятом на 4/5 объема перегонку прекращают. В колбу с дистиллятом добавляют дистиллированную воду немного ниже метки и выдерживают в течение 20 – 30 минут при комнатной температуре, затем содержимое приемной колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

9.2 Порядок выполнения измерений

В колбу с притертой пробкой вносят 25 см3 пробы дистиллята, полученного в соответствии с п. 9.1, добавляют 1 см3 раствора хлорамина Т (п. 8.1.2), закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают в течение 60 секунд. После этого в колбу добавляют 3,0 см3 раствора смешанного реагента (п. 8.1.3), перемешивают, закрывают пробкой, выдерживают 10 минут до появления фиолетовой окраски, после чего приступают к измерениям оптической плотности.

Измеряют не менее трех раз оптическую плотность приготовленного раствора, используя в качестве раствора сравнения раствор, приготовленный с добавлением всех реагентов, и не содержащий определяемых компонентов (п. 8.2). Массовую концентрацию производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту в пробе определяют с использованием установленной градуировочной характеристики.

Если измеренная массовая концентрация производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту превышает 0,20 мг/дм3, проводят повторное измерение, предварительно разбавляя пробу раствором этилового спирта (п. 8.1.4) таким образом, чтобы концентрация производных синильной кислоты находилась в пределах рабочего диапазона.

**10 Обработка результатов измерений**

10.1 Массовую концентрацию производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту в пробе Х, мг/дм3, рассчитывают с использованием градуировочных зависимостей с учетом коэффициента разбавления пробы по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $$X=C∙K\_{р} ,$$ | (4) |
| где *С* –  | массовая концентрация производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту в пробе, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм3; |
| *Кр* – | коэффициент разбавления пробы. |

Коэффициент разбавления пробы вычисляют по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $K\_{р}=\frac{Vр}{Va}$ , | (5) |
| где $Vр$ –  | объем разбавленной пробы, см3; |
| $Va$– | объем пробы, взятой для разбавления, см3. |

10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $\frac{2 · \left|X\_{1}-X\_{2}\right|·100}{(X\_{1}+X\_{2})}\leq r$ ,  | (6) |
| где *Х*1 , *Х*2 – | результаты параллельных определений массовой концентрации производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту, мг/дм3; |
| r – | значение предела повторяемости, % (таблица 2) |

10.3 Если условие (6) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $\frac{4·\left(X\_{max}-X\_{min}\right)·100}{(X\_{1}+X\_{2}+X\_{3+}X\_{4})}\leq CR\_{0,95},$  | (7) |
| где *Х*max, *Х*min – | максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту, мг/дм3; |
| CR0,95 – | значение критического диапазона для уровня вероятности Р=0,95 и n результатов определений.  |
|  |  CR0,95 = f (n) ·σr , (8) |
|  где σr  – | показатель повторяемости, % (таблица 2).  |
| Для n=4  |   CR0,95 = 3,6 ·σr , (9) |
|  |  |

 Если условие (4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

10.4 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях.

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости при необходимости повторных испытаний каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Результаты измерений, полученные в двух лабораториях, оценивают по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $\frac{2·|X\_{ср1}-X\_{ср2}|·100}{(X\_{ср1}+X\_{ср2})}\leq CD\_{0,95},$  | (10) |
| где *Х*1ср, *Х*2ср – | средние величины массовой концентрации производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм3; |
| CD0,95 – | значение критической разности для массовой концентрации производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту, мг/дм3, при условии n1=n2 (рассчитывается по формуле 11),  |
| где n1, n2 – |  число параллельных определений в первой и второй лаборатории.  |
|  | $CD\_{0,95}=2,77∙\sqrt{σ\_{R}^{2}-σ\_{r}^{2}∙\frac{1}{2},}$ (11) |
|  где 2,77 – | Коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ Р ИСО 5725-6.  |
| $σ\_{R}$– | показатель воспроизводимости, % (таблица 2),  |
| $σ\_{r}$– | показатель повторяемости, % (таблица 2).  |

Если критическое значение разности не превышено, то приемлемы оба результата определений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическое значение разности превышено или при возникновении разногласий руководствуются нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

--------------------------------

<\*> На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

**11 Метрологические характеристики**

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов измерений не превышает значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики результатов измерений

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм3 | Показатель точности (границы относительной погрешности), ±𝛿, % при Р=0,95 | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σr, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости), σR, % | Предел повторяемости, r, %при Р=0,95 n=2 | Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух лабораториях, CD0,95, % n1=n2=2 |
| от 0,010 до 0,20 включит. | 36 | 9 | 18 | 25 | 47 |

**12 Контроль качества результатов измерений**

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости по 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с использованием контрольных карт Шухарта.

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

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

## 13 Оформление результатов измерений

Результат измерений массовой концентрации производных цианистоводородной кислоты в пересчете на цианистоводородную кислоту, $\overbar{Х}$(мг/дм3) оформляют в виде:

|  |  |
| --- | --- |
| $\overbar{X}\pm Δ$ ,  | (12) |
| $Δ=0,01·δ·\overbar{X}$ , | (13) |

где $\overbar{Х}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по условию (6) или (7), мг/дм3,

$Δ$ – абсолютная погрешность измерений, мг/дм3.

$δ$ – относительная погрешность, % (таблица 2).

Полученные результаты регистрируют в протоколе, в котором указывают: обозначение настоящего документа; регистрационный номер образца; отклонения при проведении измерений, если таковые имелись; дату отбора пробы; результат измерений.

**Приложение А**

**Прибор для перегонки алкогольной продукции**



|  |  |
| --- | --- |
| Рисунок А.1 – Исполнение 1  |  |



Рисунок А.2 – Исполнение 2

1 – перегонная колба (плоскодонная или круглодонная), 2 – каплеуловитель, 3 – холодильник (ХПТ или ХШ), 4 – стеклянная трубка, 5 – приемная колба.

УДК 663.36: 663.8: 661.664.1:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: алкогольная продукция, концентрация производных синильной (цианистоводородной) кислоты, фотоколориметрический метод

ФБУ «Ростест-Москва» (Сергиево-Посадский филиал)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Директор филиала |  |  | А.С. Фефилов |
|  | Личная подпись |  |  |
| Заместитель директора |  |  | А.В. Маслова |
|  | Личная подпись |  |  |
| Начальник испытательного центра |  |  | О.В. Вьюнсковская |
|  | Личная подпись |  |  |
| Инженер по качеству I категории |  |  | А.А. Тарасенко |
|  | Личная подпись |  |  |
| Ведущий инженер |  |  | Е.В. Кожевникова |

 Личная подпись