



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**СПИРТ ЕТИЛОВИЙ
ТА ПРОДУКЦІЯ СПИРТОВМІСНА**
Визначення вмісту азотистих сполук

ДСТУ 7437:2013

Видання офіційне

БЗ № 11–2013/348



Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2014

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Спиртогорілчані вироби, дріжджі» (ТК 64), Державна наукова установа «Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів» (ДНУ «УкрНДІспиртбіопрод») Департаменту харчової промисловості Міністерства аграрної політики України

РОЗРОБНИКИ: **С. Олійнічук**, д-р техн. наук; **З. Кравчук** (науковий керівник); **Т. Татарінова**; **О. Бабич**; **А. Кравчук**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 29 листопада 2013 р. № 1423

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2014

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	1
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Суть методу.....	2
5 Засоби вимірювання та допоміжні пристрої, реактиви, матеріали	2
6 Відбирання проб	3
7 Підготування до вимірювання	3
8 Випробовування.....	3
9 Опрацювання результатів.....	4
10 Контроль похибки та якості вимірювання.....	4
11 Оформлення результатів	5
12 Вимоги щодо безпеки.....	6
Додаток А Мікродифузійна чашка Конвея.....	7
Додаток Б Код продукції (код ДКПП)	8
Додаток В Бібліографія.....	8

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПИРТ ЕТИЛОВИЙ ТА ПРОДУКЦІЯ СПИРТОВМІСНА

Визначення вмісту азотистих сполук

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ И ПРОДУКТЫ СПИРТСОДЕРЖАЩИЕ

Определение содержания азотистых соединений

ETHYL ALCOHOL AND ALCOHOL CONTAINING PRODUCTS

Determination of the total content of nitrogen compounds

Чинний від 2014-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

У цьому стандарті встановлено метод визначення вмісту загальної кількості азотистих сполук у спирті етиловому ректифікованому, спирті етиловому питному, спирті етиловому-сирці та спиртовмісних продуктах (продуктах брагоректифікації).

Діапазон визначення масової концентрації азотистих сполук у перерахунку на азот у безводному спирті — від 0,0002 г/дм³ до 0,020 г/дм³.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДК 016:2010 Державний класифікатор продукції та послуг

ДСТУ 3296-95 Виробництво етилового спирту з харчової сировини. Терміни та визначення

ДСТУ 4181:2003 Спирт етиловий ректифікований і спирт етиловий-сирець. Правила приймання і методи випробовувань

ДСТУ 5043:2008 Спирт етиловий і спиртовмісні рідини. Методи відбирання проб

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7270:2012 Метрологія. Прилади зважувальні еталонні. Загальні технічні вимоги, порядок та методи атестації

ДСТУ ГОСТ 12.2.061:2009 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам (ССБП. Устаткування виробниче. Загальні вимоги щодо безпеки до робочих місць)

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 Система стандартів безпеки праці. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Небезпечні речовини. Класифікація та загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.3.002-75 ССБТ. Процессы производственные. Общие требования безопасности (ССБП. Процеси виробничі. Загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.4.009–83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание (ССБП. Пожежна техніка для захисту об'єктів. Основны види. Розташування й обслуговування)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Кислота соляная. Технические условия (Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода здистильована. Технічні умови)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд і обладнання лабораторні порцелянові. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд і обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 29227–91 (ISO 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки поградуєвані. Частина 1. Загальні вимоги)

ГОСТ 29251–91 (ISO 385-1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 1. Загальні вимоги)

ДБН В.2.5-28–2006 Природне і штучне освітлення

ДСН 3.3.6.042–99 Державні санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень

НПАОП 15.9-1.11–97 (ДНАОП 1.8.10-1.11–97) Правила безпеки для спиртового та лікеро-горілчаного виробництва.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті вжито терміни та визначення позначених ними понять згідно з ДСТУ 3296.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Метод ґрунтується на розкладанні азотистих сполук під час концентрування зразка в присутності сірчаної кислоти з утворенням сульфату амонію, виділенні аміаку із застосуванням мікродифузійної методики Конвея, титрометричному визначенні кількості амонію, зв'язаного борною кислотою, та перерахуванні вмісту азоту в зразку на безводний спирт.

5 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАННЯ ТА ДОПОМІЖНІ ПРИСТРОЇ, РЕАКТИВИ, МАТЕРІАЛИ

Ваги аналітичні лабораторні — згідно з ДСТУ 7270.

Ваги торсіонні Т-20 з найбільшою межею зважування 20 г і похибкою зважування 0,1 мг — згідно з чинними нормативними документами.

Колби 1–200–2, 1–100–2, 1–50–2, 1–25–2 — згідно з ГОСТ 1770.

Бюретка 1–1–2–2–0,01 — згідно з ГОСТ 29251.

Піпетки 1–1–2–1 — згідно з ГОСТ 29227.

Склянка для зважування — згідно з ГОСТ 25336.

Крапельниця скляна лабораторна — згідно з ГОСТ 25336.

Порцелянова чашка для випаровування місткістю 200 см³ — згідно з ГОСТ 9147.

Баня водяна — згідно з чинними нормативними документами.

Мікродифузійна чашка Конвея — згідно з чинними нормативними документами. Мікродифузійна чашка Конвея — це кристалізатор із двома відділеннями: кристалізатор круглої чашоподібної форми, у центрі якого вмонтовано циліндричну чашечку меншого діаметра з нижчими стінками, ніж стінки кристалізатора. Кристалізатор закривається притертою скляною кришечкою (додаток А).

Кислота сірчана, х.ч. — згідно з ГОСТ 4204, розчин с (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³.

Калію гідроксид, х.ч. — згідно з чинними нормативними документами, розчин масовою концентрацією 500 г/дм³.

Кислота соляна, х.ч. — згідно з ГОСТ 3118, розчин $c(\text{HCl}) = 0,02$ моль/дм³.

Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709, звільнена від діоксиду вуглецю та аміаку.

Індикатор бромкрезоловий зелений — згідно з чинними нормативними документами.

Індикатор метиловий червоний — згідно з чинними нормативними документами.

Борна кислота, ч.д.а — згідно з чинними нормативними документами.

2-Пропанол, х.ч. — згідно з чинними нормативними документами, водний розчин з об'ємною часткою 30 %.

Дозволено використовувати інші засоби вимірювальної техніки, випробувальне та допоміжне обладнання з метрологічними та технічними характеристиками не нижчими від зазначених, а також матеріали та реактиви за якістю не гіршою від зазначеної в цьому стандарті.

6 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

6.1 Відбирають проби для визначення вмісту азотистих сполук у спирті етиловому та спиртовмісних продуктах відповідно до ДСТУ 5043.

6.2 Об'єм об'єднаної проби для визначення вмісту азотистих сполук має бути не менше ніж 1,0 дм³.

7 ПІДГОТУВАННЯ ДО ВИМІРЮВАННЯ

7.1 Готування розчину індикатора бромкрезолового зеленого

Наважку індикатора бромкрезолового зеленого масою $(0,008 \pm 0,002)$ г розчиняють у мірній колбі місткістю 25 см³ за температури 20 °С у водному розчині 2-пропанолу з об'ємною часткою 30 % і доводять об'єм до позначки цим самим розчинником. Одержаний розчин перемішують і зберігають у склянці з темного скла за кімнатної температури протягом 180 діб.

7.2 Готування розчину індикатора метилового червоного

Наважку індикатора метилового червоного масою $(0,004 \pm 0,002)$ г розчиняють у мірній колбі місткістю 25 см³ за температури 20 °С у водному розчині 2-пропанолу з об'ємною часткою 30 % і доводять об'єм до позначки цим самим розчинником. Одержаний розчин перемішують і зберігають у склянці з темного скла за кімнатної температури протягом 180 діб.

7.3 Готування індикаторної суміші

Перед випробуванням готують розчин індикаторної суміші.

Для готування 50 см³ індикаторної суміші наважку борної кислоти масою $(0,5000 \pm 0,0002)$ г переносять кількісно в мірну колбу місткістю 50 см³ (змиваючи водним розчином 2-пропанолу з об'ємною часткою 30 %), до якої вносять по 1,25 см³ приготовлених розчинів індикаторів згідно з 7.1 і 7.2, суміш ретельно перемішують. Об'єм розчину доводять до позначки водним розчином 2-пропанолу з об'ємною часткою 30 % і знову перемішують. Отриману суміш зберігають за кімнатної температури в склянці з темного скла і використовують для аналізу протягом 30 діб з моменту готування.

8 ВИПРОБОВУВАННЯ

8.1 Визначають об'ємну частку етанолу в спирті етиловому та спиртовмісних продуктах відповідно до 6.2 ДСТУ 4181.

8.2 Перед випробуванням проводять концентрування проби. Для цього 200 см³ досліджуваного зразка (за умови вмісту в досліджуваному зразку азотистих сполук у перерахунку на азот у безводному спирті від 0,0002 г/дм³ до 0,002 г/дм³) поміщають у випарну порцелянову чашку, додають піпеткою 1 см³ розчину сірчаної кислоти $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³, чашку ставлять на водяну баню та випаровують уміст чашки до об'єму від 1,0 см³ до 1,5 см³.

Примітка. Якщо вміст азотистих сполук у досліджуваному зразку менше ніж 0,0002 г/дм³, то для концентрування використовують більший об'єм проби, наприклад 400 см³; якщо вміст азотистих сполук у зразку більше ніж 0,002 г/дм³, то для концентрування беруть менший об'єм зразка, наприклад 50 см³.

8.3 У внутрішнє відділення чашки Конвея поміщають піпеткою 1 см³ розчину індикаторної суміші, приготовленої відповідно до 7.3. Чашку Конвея злегка нахилиють так, щоб розчин індикаторної суміші не перетікав за межі внутрішнього відділення. У зовнішнє відділення чашки Кон-

вея обережно переносять із порцелянової чашки сконцентрований згідно з 8.2 зразок (залишок від випаровування спирту), змиваючи 2 см³ здистильованої води (звільненої від аміаку). Розчин у зовнішньому відділенні чашки має міститися в нахиленій частині, але не змішуватися із вмістом середнього відділення (з індикаторною сумішшю). У протилежну частину зовнішнього відділення піпеткою вносять 1 см³ розчину гідроксиду калію та швидко щільно закривають чашку Конвея при-тертою кришкою. Обережно круговими рухами, переміщаючи чашку по кришці стола, перемішують уміст зовнішнього відділення чашки Конвея (сконцентрований зразок із розчином гідроксиду калію). Під час змішування сконцентрованого зразка з лугом починається виділення аміаку, який поступово поглинається індикаторною сумішшю (процес мікродифузії). Поглинання аміаку, який виділяється, за кімнатної температури відбувається протягом 2 год, тобто чашку Конвея залишають до завер-шення реакції на 2 год.

8.4 Після закінчення поглинання аміаку чашку Конвея відкривають і вміст внутрішнього відді-лення (разом з індикаторною сумішшю) титрують розчином соляної кислоти с (HCl) = 0,02 моль/дм³ за допомогою мікробюретки до зміни зеленого забарвлення на червоне, яке не повинно змінюватися впродовж 30 с.

8.5 Паралельно проводять контрольне визначення згідно з 8.2; 8.3 і 8.4, використовуючи замість досліджуваного зразка 200 см³ здистильованої води.

9 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Масову концентрацію азотистих сполук ($\rho_{\text{сп.}}$) у грамах на кубічний дециметр у перерахунку на азот у безводному спирті обчислюють за формулою:

$$\rho_{\text{сп.}} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,28 \cdot 1000 \cdot 100}{\varphi_{\text{сп.}} \cdot V_3}, \quad (1)$$

- де V_1 — об'єм розчину соляної кислоти, витрачений на титрування досліджуваного зразка, дм³;
 V_2 — об'єм розчину соляної кислоти, витрачений на титрування здистильованої води і реактивів (контрольне титрування), дм³;
 V_3 — об'єм зразка спирту, взятий для досліджування, дм³;
 $\varphi_{\text{сп.}}$ — об'ємна частка етилового спирту в досліджуваному зразку, %;
 0,28 — кількість азоту в грамах, яка відповідає 1 дм³ розчину соляної кислоти концентрацією 0,02 моль/дм³, витраченої на титрування, г/дм³;
 1000 — коефіцієнт для перерахунку на 1 дм³;
 100 — коефіцієнт перерахунку на безводний спирт, %.

9.2 За кінцевий результат визначення беруть середнє арифметичне результатів двох пара-лельних визначень масової концентрації азотистих сполук, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати значення нормативу збіжності за довірчої ймовірності $P = 0,95$, наведеного в таблиці 1.

10 КОНТРОЛЬ ПОХИБКИ ТА ЯКОСТІ ВИМІРЮВАННЯ

Контроль якості вимірювання в лабораторії (збіжності, внутрішньолабораторної відтворності та міри правильності вимірювання) виконують відповідно до 10.1, 10.2 та 10.3.

Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання масової концентрації азотистих сполук наведено в таблиці 1.

Таблиця 1 — Значення нормативів характеристик похибки визначення масової концентрації азотистих сполук

Значення нормативів контролю, масова концентрація, г/дм ³		
Збіжність r_n , $n = 2$	Внутрішньолабораторна відтворність R_n , $m = 2$	Міра правильності (границя похибки вимірювання) K_n , $P = 0,95$
0,00025	0,0005	± 0,0005

10.1 Оперативний контроль збіжності

Оперативний контроль збіжності r проводять під час виконання кожного аналізу досліджуваного зразка порівнянням різниці результатів двох паралельних визначень однієї й тієї самої проби, отриманих одним аналітиком в одних і тих самих умовах із нормативом контролю збіжності.

Збіжність результатів паралельних визначень r вважають задовільною, якщо

$$r = \rho_1 - \rho_2 \leq r_n, \quad (2)$$

де ρ_1 — більший результат із двох паралельних визначень;

ρ_2 — менший результат із двох паралельних визначень;

r_n — норматив оперативного контролю збіжності.

Значення нормативу контролю збіжності наведено в таблиці 1.

10.2 Контроль відтворності

Контролюють відтворність R у лабораторії періодично, але не рідше одного разу на три місяці. Зразками контролю є лабораторні контрольні зразки з однієї партії спирту, які зберігають протягом року, чи тестовий матеріал.

Дві паралельні проби одного і того самого досліджуваного зразка аналізують відповідно до методики, використовуючи різні партії реактивів, різні набори лабораторного посуду, різний час проведення аналізу, різних аналітиків. Отримують два результати аналізу ρ_1 і ρ_2 в умовах внутрішньолабораторної відтворності.

Різниця між двома результатами аналізу R не повинна бути більшою від значення нормативу оперативного контролю відтворності

$$R = \rho_1 - \rho_2 \leq R_n, \quad (3)$$

У разі перевищення нормативу оперативного контролю відтворності дослідження повторюють, а у разі повторного перевищення вказаного нормативу аналізують причини, що призвели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх.

Значення нормативів контролю відтворності наведено в таблиці 1.

10.3 Контроль міри правильності

10.3.1 Внутрішній контроль міри правильності (границі похибки) K у лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці. Для контролю міри правильності використовують стандартний зразок або сертифікований стандартний зразок згідно з [1]. Концентрація азотистих сполук у зразках має бути від 0,0002 г/дм³ до 0,0010 г/дм³.

Міру правильності K вважають задовільною, якщо

$$K = \rho_1 - \rho_0 \leq K_n, \quad (4)$$

де ρ_1 — результат визначення масової концентрації компонента у стандартному зразку, г/дм³;

ρ_0 — атестоване значення масової концентрації компонента у стандартному зразку, г/дм³;

K_n — норматив контролю міри правильності (границі похибки), наведений у таблиці 1.

10.3.2 Зовнішній контроль міри правильності (границі похибки) K здійснюють періодично, але не рідше одного разу на рік у межах внутрішньолабораторних випробувань або програм професійного тестування. Для зовнішнього контролю міри правильності використовують стандартний зразок або сертифікований стандартний зразок згідно з [1].

У разі перевищення нормативу міри правильності дослідження повторюють, а у разі повторного перевищення вказаного нормативу аналізують причини, які призвели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх згідно з внутрішньолабораторною документацією з системи якості.

11 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

11.1 Результати випробування реєструють:

— для внутрішніх досліджень у межах підприємства — у відповідних журналах хіміко-технологічного контролю виробництва та готової продукції, форми яких затверджують у встановленому порядку;

— для видачі результатів замовнику — у протоколах випробування.

11.2 Протокол випробування має містити:

— відомості про надходження проби (дату та номер проби) та умови зберігання проби до випробування;

— інформацію, яка дає змогу ідентифікувати пробу;

— дату проведення випробування;

— посилання на цей стандарт;

— результати та похибку визначення;

— інформацію про виконавця (посада та ПІБ особи, яка проводила випробування).

12 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

12.1 До роботи допускають спеціалістів, які мають спеціальну освіту та досвід роботи в хімічній лабораторії, пройшли відповідний тренінг, володіють технікою дослідження та ознайомлені з технікою безпеки під час досліджування.

12.2 Потрібно дотримуватися вимог техніки безпеки під час роботи з хімічними реактивами — згідно з ГОСТ 12.1.007, вимог електричної безпеки — згідно з ДСТУ 7237, ПУЕ [2] та НПАОП 15.9-1.11.

12.3 Приміщення мають відповідати вимогам пожежної безпеки згідно з ГОСТ 12.1.004 і бути оснащені засобами пожежогасіння згідно з ГОСТ 12.4.009.

12.4 Мікроклімат приміщень (температура, відносна вологість, швидкість руху повітря), уміст шкідливих речовин у повітрі — згідно з ГОСТ 12.1.005 і ДСН 3.3.6-042.

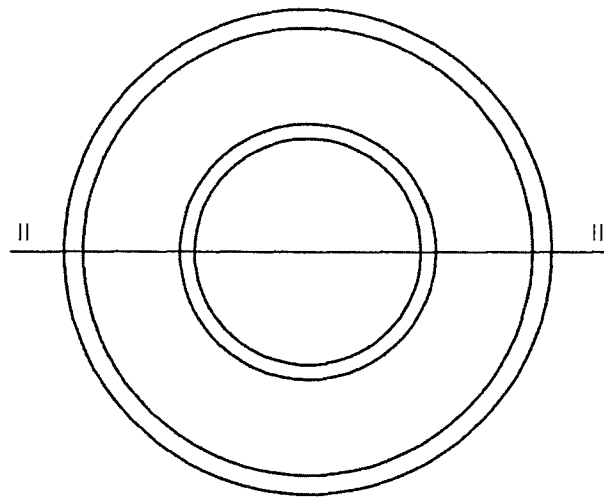
12.5 Освітлення приміщень — відповідно до ДБН В.2.5-28.

12.6 Виробниче обладнання та виробничі процеси — згідно з ГОСТ 12.3.002 та ДСТУ ГОСТ 12.2.061.

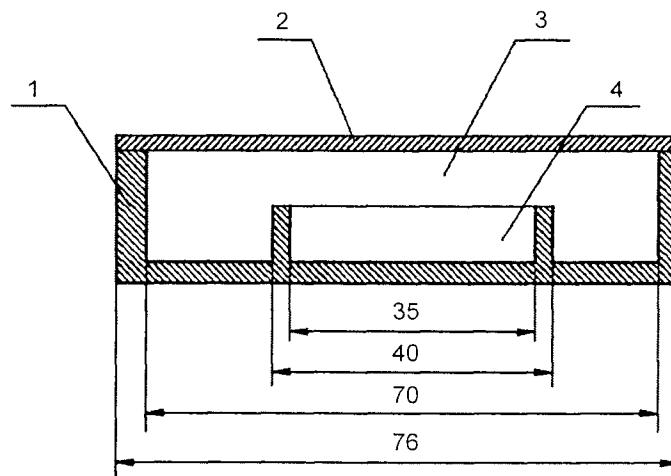
12.7 Приміщення, де проводять випробування, має бути обладнано витяжною вентиляцією згідно з ДСТУ БА.3.2-12.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

МІКРОДИФУЗІЙНА ЧАШКА КОНВЕЯ



I — вигляд зверху



II—II — розріз

Позначки:

- 1 — поверхня шліфа чашки;
- 2 — кришка;
- 3 — зовнішнє відділення чашки;
- 4 — внутрішнє відділення чашки (розміри в міліметрах).

Рисунок А.1 — Мікродифузійна чашка Конвея

ДОДАТОК Б
(обов'язковий)

КОД ПРОДУКЦІЇ (КОД ДКПП)

Таблиця Б.1 — Коды ДКПП згідно ДК 016

Назва продукції	Код ДКПП
Спирт етиловий, неденатурований з фактичною концентрацією спирту менше ніж 80 об. %	11.01.10-70.00
Спирт етиловий неденатурований міцністю не менше ніж 80 об. %	20.14.74
Спирт етиловий та напої спиртні денатуровані, інші, будь-якої міцності	20.14.75

ДОДАТОК В
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ТУ У 18.426–99 Розчини водно-етанольні типові. Технічні умови
- 2 ПУЭ Правила устройства электроустановок (ПУЭ. Правила работы электроустановок). — Вып.16. — М.: Госкомэнерго, 1998. — 7 с.

Код УКНД 67.160.10

Ключові слова: спирт етиловий, продукти спиртовмісні, мікродифузійний метод, азотисті сполуки, чашка Конвея, готування проб, визначення, опрацювання результатів, контроль похибки, контроль якості вимірювання, метрологічні характеристики.

Редактор І. Копецька
Технічний редактор О. Касіч
Коректор О. Опанасенко
Верстальник Т. Шишкіна

Підписано до друку 03.06.2014. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. 860 Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ») —
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115
Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647