



ДСТУ 4165:2003

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ГОРІЛКИ І ГОРІЛКИ ОСОБЛИВІ

Правила приймання і методи випробовування

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

Головний фонд
нормативних

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих (п) одуктів РОЗРОБНИКИ: С. Олійничук, Д.р техн. наук; В. Ковальчук, канд. техн. наук; З. Кравчук, Н. Б. Івах
- 2 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 7 квітня 2003 р. № 55
- 3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні чинності ГОСТ 5363-93)

ЗМІСТ

ДСТУ 4165:2003

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Прозвела приймання	2
5 Методи випробування	3
5.1 Визначення повноти нальви	3
5.2 Визначення органолептичних показників	3
5.3 Визначення міцності горілок ареометром	4
5.4 Визначення лужності	6
5.5 Визначення масової концентрації альдегідів	7
5.6 Визначення масової концентрації сивушного масла	9
5.7 Визначення масової концентрації естерів	13
5.8 Визначення об'ємної частки метилового спирту	14
6 Контроль результатів вимірювань під час виконання аналізів горілок і горілох особливих	16
6.1 Оперативний контроль збіжності	16
6.2 Контроль відповідності	17
6.3 Контроль міри правильності	17
Додаток А. Бібліографія	18

Права власності на цей документ належить державі.
Відтворення, тиражування і розповсюдження його повністю чи частково на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2004

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ГОРІЛКИ І ГОРІЛКИ ОСОБЛИВІ

Правила приймання і методи випробування

ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

Правила приемки и методы испытаний

VODKAS AND SPECIAL VODKAS

Acceptance rules and test methods

Чинний від 2004-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на горілки і горілки особливі (далі по тексті горілки) і астановлює правила приймання і методи випробування.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі стандарти:

- ДСТУ 3297-95 Ликеро-горілка промисловість. Терміни та визначення понять
- ГОСТ 195-77 Натрий сернистокислый. Технические условия
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4147-74 Железа (III) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Натрия гидроксид. Технические условия
- ГОСТ 5456-79 Гидроксилламина гидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 6552-80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 12738-77 Колбы стеклянные с градуированной горловиной. Технические условия
- ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
- ГОСТ 20490-75 Калий марганцовокислый. 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 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Видання офіційне

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті подано терміни та визначення понять згідно з ДСТУ 3297 та уточнено терміни мікрокомпонентів, що входять до складу етилового спирту.

Спирт етиловий ректифікований, горілки та горілки особливі лістять такі компоненти (у кожд- ратих дужках наведено реєстраційні номери CAS, у круглих дужках — назви хімічних сполук згідно з номенклатурою IUPAC (1): оцтова кислота — (етаналь) [75-07-0], оцтовоетиловий естер — (ети- лцетат) [141-78-6], метиловий спирт — (метанол) [67-56-1], пропильовий спирт — (1-пропанол) [71-23-8], ізопропильовий спирт — (2-пропанол) [67-83-0], ізобутиловий спирт — (2-метил-пропанол-1) [78-83-1], бутильовий спирт — (1-бутанол) [71-36-3], ізозмильовий спирт — (суміш ізомерів 2-метил- бутанолу-1) [123-51-3], оцтова кислота — (метанкарбонова кислота) [64-19-7], фурфурол — (фурфу- раль) [98-01-1]

4 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

4.1 Горілки і горілки особливі приймають партіями

Партією вважають кількість горілки з однією назвою, однієї дати розливу, оформлену одним документом про якість.

У супроводжувальних документах вказують, що партія горілки відповідає вимогам чинних нор- мативних документів.

4.2 Для перевірки відповідності пакування і маркування вимогам нормативних документів віді- рають пакувальні одиниці продукції методом випадкового відбирання згідно з таблицею 1.

Таблиця 1 — Збір пакувальних одиниць продукції і критерії оцінки якості за зовнішнім виглядом

Кількість пляшок з горілкою у партії, шт	Середній вибір, пляшки	Примірне число
Від 12 до 500	12	1
» 501 » 1 200	20	2
» 1 201 » 10 000	32	3
» 10 001 » 35 000	50	5
» 35 001 » 500 000	80	7
» 500 001 і більше	125	10

Примітка. Продукцію в якій менше 12 пляшок, не вважають партією

4.3 Партію горілки приймають, якщо кількість пляшок з горілкою, що мають деформацію, роз- ризи, лерехоз етикеток, сторонні вмішування, осад, у виборці менше або рівне приймальному чис- лу, і бракують, якщо кількість таких пляшок з горілкою у виборці більше приймального числа.

4.4 Для визначення змісту спирту в організмолетичних показниках горілки з збірної відбірають зразки загальним об'ємом не менше 2 дм³, тобто в разі розфасування в пляшки місткістю: 100 см³ — 20 одиниць продукції; 250 см³ — 8 одиниць; 500 см³ — 4 одиниці; 750 см³ — 4 одиниці; 1000 см³ і більше — 2 одиниці.

4.5 Для проведення досліджень у заводській лабораторії відбирають з ліній розливу пляшки з горілкою загальним об'ємом не менше ніж 2 дм³ від кожної партії у вигляді оформленої готової про- дукції, з етикетками та маркуванням без аццюзної марки: 1 дм³ (середньої проби) горілки витрача- ють на органолептичні та фізико-хімічні дослідження (органолептичних показників, визначення пов- ноти наливів, визначення міцності, ма ової концентрації сивушного масла, альдегідів, естерів, об'ємної частки метилового спирту і лужності горілки); решту горілки (1 дм³) зберігають в заводській лабо- раторії підприємства не менше двох місяців як контрольний зразок на випадок незгоди в оцінці якості.

4.6 Для проведення досліджень в інших лабораторіях, що здійснюють незалежну експертизу, відбирають зразки горілки в пляшках загальним об'ємом 2 дм³ і разом з актом відбирання проб пе-

редають у дослідну лабораторію. Зразки горілок для представлення у дослідній лабораторії повинні бути опломбовані печаткою заводу-виробника (або замовника проведення аналізу). В акті відбирання проб вказують:

- назву організації, в систему якої входить підприємство-виробник;
- назву підприємства-виробника і його місцезнаходження;
- назву горілки;
- дату розливання;
- кількість горілки в партії, від якої відібрана проба;
- номер документа про якість партії горілки;
- дату відбирання проби;

— посади, прізвища та підписи осіб, що відібрали проби.
У дослідній лабораторії 1 дм³ відібраної проби горілки (середня проба) витрачається на орга- нолептичні та фізико-хімічні дослідження, решту проби в пляшках зберігають до повного вирішення конфліктної ситуації, як контрольний зразок.

5 МЕТОДИ ВИПРОБОВУВАННЯ

5.1 Визначення повноти налив

Метод ґрунтується на визначенні об'єму горілки з застосуванням мірного лаборатор- ного посуду

5.1.1 Засоби виміральної техніки і допоміжні пристрої

Секундомір згідно з чинними нормативними документами

Термометр рідинний скляний діапазоном вимірювання від 0 °С до 50 °С з ціною поділки 0,5 °С — згідно з ГОСТ 28498

Лійка В-56-80 ХС — згідно з ГОСТ 25336

Колби мірні 1-50 ХС3; 2-1-100 ХС3; 4-1-250 ХС3; 6-500 ХС3; 12-1000 ХС3 — згідно з ГОСТ 12738

Колби 2-50-2; 2-100-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2 — згідно з ГОСТ 1770

Піпетка 1-2-2-5 — згідно з ГОСТ 29227

Циліндри мірні 1-250; 1-500; 1-1000; 1-2000 — згідно з ГОСТ 1770.

5.1.2 Проведення вимірювання

Під час визначення повноти налив горілок, налитих у пляшки місткістю, що відповідає місткості мірних колб (50; 100; 200; 250; 500; 1000; 2000 см³), горілку з пляшки обережно переливають по стінці у чисту, попередньо ополіснуту досліджуваною горілкою мірну колбу відповідної місткості. Після зливання і витримання пляшки над лішкою мірної колби протягом 30 с перевіряють об'єм злитої горілки з врахуванням коефіцієнта поправки на температуру [2].

Недолік кількісно визначають внесенням додаткового об'єму горілки в мірну колбу до познач- ки піпеткою з ціною поділки 0,05 см³.

Перелив кількісно визначають за допомогою виділення надлишкового об'єму горілки з мірної колби до позначки піпеткою з ціною поділки 0,05 см³.

Під час перевіряння повноти налив менше горілки повинен співпадати з познач- кою на колбі.

У разі визначення повноти налив горілок, розфасованих з пляшки місткістю, що не відповідає номінальній місткості колб, використовують мірні циліндри місткістю близькою до об'єму на- литої у пляшки горілки (випита з пляшки в циліндр горілка повинна повністю зміститися з межі позначок циліндра).

Горілку з пляшки обережно переливають по стінці у чистий, попередньо сполоснутий дослід- жуваною горілкою мірний циліндр. Після зливання і витримання пляшки над циліндром протягом 30 с перевіряють об'єм злитої горілки із врахуванням коефіцієнта поправки на температуру [2].

Під час перевіряння повноти налив менше горілки повинен співпадати з познач- кою на циліндрі.

5.2 Визначення органолептичних показників

Метод полягає в оцінюванні кольору, прозорості, запаху і смаку, що їх визначають органолеп- тично

Органолептичне оцінювання проводять в світлому, добре провітrenomу приміщенні без сторонніх запахів.

5.2.1 Визначення кольору і прозорості

5.2.1.1 Візуальний метод

Метод ґрунтується на візуальному порівнянні в прохідному світлі досліджуваної горілки і дистильованої води.

5.2.1.1.1 Засоби вимірювальної техніки і допоміжні пристрої

Пробірки типів П 1 або П 2 — згідно з ГОСТ 25336

Піпетка 1-2-2-10 — згідно з ГОСТ 29227

Штатив для пробірок згідно з чинними нормативними документами

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709

5.2.1.1.2 Визначення

У дві однакові за висотою і діаметром пробірки наливають по 10 см³.

з однієї — досліджувану горілку, а іншу — дистильовану воду.

Порівнюють вміст пробірок в прохідному розсіяному світлі та встановлюють відхилення кольору і прозорості в дослідній горілці.

5.2.1.2 Фотоколориметричний метод

Метод ґрунтується на порівнянні оптичної густини досліджуваної горілки і дистильованої води за допомогою фотоелектроколориметра.

5.2.1.2.1 Засоби вимірювальної техніки і допоміжні пристрої

Фотоелектроколориметр — згідно з чинними нормативними документами

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.2.1.2.2 Визначення

В кювету 50 мм наливають горілку, а кювету порівняння — дистильовану воду. За довжини світлової кювети 400 мм визначають оптичну густину горілки в порівнянні з дистильованою водою. Оптична густина досліджуваної горілки не повинна бути більшою 0,005.

5.2.2 Визначення смаку і запаху

Метод полягає в органолептичному оцінюванні смаку і запаху досліджуваної горілки.

5.2.2.1 Допоміжні пристрої

Бокали декупастійні.

5.2.2.2 Визначення

Досліджувану горілку наливають на 1/3 об'єму декупастійного бокалу і відразу після попереднього перемішування обертливими рухами її досліджують на запах та смак.

Одночасно можна декупастувати не більше п'яти зразків горілки, причому дотримуватись такої послідовності, за якої зразки кращої якості і вищої міцності аналізують на початку.

5.3 Визначення міцності горілок ареометром

Метод ґрунтується на вимірюванні ареометром для спирту об'ємної частки етилового спирту у водно-спиртовому розчині, отриманому після попередньої перегонки горілки.

Нижня границя визначення міцності (L.O.D) — 0,5 %.

Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань з абсолютною похибкою $\pm 0,2$ % за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

5.3.2 Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої

Ареометри скляні для спирту типу АСП-2 або АСП-1 — згідно з ГОСТ 18481

Термометри рідинні скляні з діапазоном вимірювання від 0 °С до 53 °С з ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498

Кралеупловлявач КО-14/23-60 ХС або КО-60 ХС — згідно з ГОСТ 25336

Колби 2-250-2; 2-500-2 — згідно з ГОСТ 1770

Колби К-1-500-29/32 ТХС; К-1-1000-29/32 ТХС або П-1-500-29/32 ТС; П-1-1000-29/32 ТС — згідно з ГОСТ 25336

Холодильник скляний лабораторний ХШ-1-400-29/32 ХС або ХПТ-3-400 — згідно з ГОСТ 25336

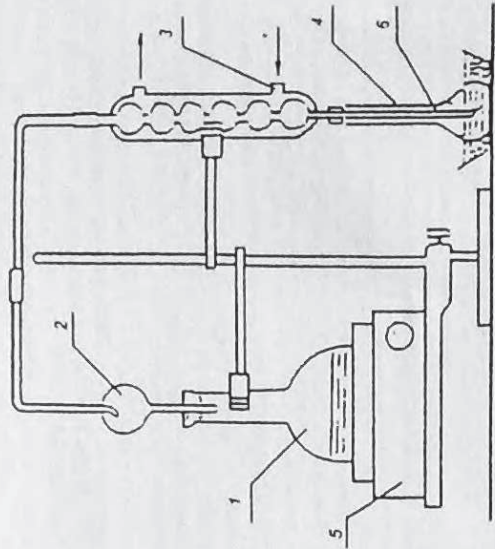
Циліндр — 150/335 — згідно з ГОСТ 18481 або 1-250; 1-500 — згідно з ГОСТ 1770

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709

Колбонагрівач (електроплитка) — згідно з чинними нормативними документами.

Установка для відгонки спирту (відповідно до рисунку 1) складається з колбонагрівача 5, перегонної плоскодонної або круглодонної колби 1, сполученої через кралеупловлявач 2 з холодильником 3. Можна використовувати колбу, яка закривається гумовим корком з отвором, у який вмонтовано кралеупловлявач із оплавленим кінцем.

Холодильник сполучений із приймальною колбою 4 скляною трубою 6 з відтягнутим кінцем, який опускають у приймальну колбу майже до дна.



1 — перегонна колба, 2 — кралеупловлявач, 3 — холодильник, 4 — приймальна мірна колба, 5 — колбонагрівач, 6 — скляна труба

Рисунок 1 — Установка для відгонки спирту

5.3.3 Вилробовування

200 (250; 500) см³ горілки, відміряної мірною колбою за температури 20 °С, поміщають у перегонну колбу місткістю 500 (1000) см³. Мірну колбу споліскують два-три рази дистильованою водою, зливаючи ополоски у перегонну колбу з таким розрахунком, щоб загальний об'єм дистильованої води не перевищував 60 см³.

Перегонку проводять на установці, яка описана вище.

Приймальною колбою є та сама мірна колба, якою відміряли досліджувану горілку. У приймальну колбу перед перегонкою наливають дистильовану воду об'ємом 10—15 см³ і занурюють вузький кінець скляної трубки для створення водного затвору. Потім приймальну колбу поміщають у баню з теплою водою і починають перегонку. Нагрівання колби ведуть так, щоб забезпечити рівномірність процесу відгонки.

Після заповнення приймальної колби приблизно наполовину місткістю, її опускають так, щоб кінець скляної трубки не занурювався у дистилат і продовжують перегонку без водного затвору.

Після заповнення приймальної колби відомом на 80—90 % об'єму (до початку нижньої частини горловини колби) перегонку припиняють, кінець скляної трубки споліскують 5 см³ дистильованої води, доводять об'єм до позначки дистильованою водою за температури 20 °С і перемішують.

Вміст колби переливають у сухий циліндр для ареометрів і вимірюють об'ємну частку етилового спирту ареометром для спирту.

Перед вимірюванням об'ємної частки спирту водно-спиртовий розчин ретельно перемішують мішалкою, перемішуючи її не менше п'яти разів вгору і вниз по всій висоті стовпа рідини, не виймаючи її із розчину. Вимірювання об'ємної частки спирту проводять за відсутності пухирців повітря у водно-спиртовому розчині.

Перед визначенням об'єкту частки спирту необхідно виміряти температуру t_1 водно-спиртового розчину. Потім у розчин занурюють ареометр таким чином, щоб він не торкався стінок циліндра. Відлік показів проводять до нижньому рівню меніски з точністю до 0,5 найменшої поділки.

Потім знову вимірюють температуру t_2 водно-спиртового розчину. За температуру t водно-спиртового розчину приймають середнє арифметичне значення температур t_1 і t_2 .

Об'ємну частку спирту у водно-спиртових розчинах визначають за таблицями для визначення виступу етилового спирту у водно-спиртових розчинах [3].

Розрахунок під час визначення об'ємної частки спирту проводять до сотих відсотка. Результати заокруглюють до десятих відсотка.

5.3.4 Опрацювання результатів вимірювання

За кінцевий результат вимірювання приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань міцності ($\varphi_{сер}$), якщо різниця між ними не перевищує 0,1 %.

Результат вимірювання представляють у вигляді:

$$\varphi_{сер} \% \pm 0,2 \%, P = 0,95.$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (збіжності, внутрішньолaboratorної відтворності та міри правильності вимірювань) виконують відповідно з розділом 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання міцності наведено в таблиці 2.

Таблиця 2 — Значення нормативів контролю похибок вимірювання міцності горілок

Збіжність (σ) $n = 2, P = 0,95$	Внутрішньолaboratorна відтворність (R_1) $m = 2, P = 0,95$	Міра правдивості (гранична похибка вимірювання), (K) $P = 0,95$
0,1	0,2	$\pm 0,1$

5.4 Визначення лужності

Метод полягає у визначенні об'єму соляної кислоти s (НСІ) = 0,1 моль/дм³, витраченої на титрування 100 см³ горілки до точки нейтралізації. Точку нейтралізації встановлюють: у разі застосування хімічного методу — за кислотно-лужним індикатором, у разі застосування потенціометричного методу — за потенціометром (іонміром).

У разі виникнення розбіжностей в оцінці якості застосовують потенціометричний метод. Нижня границя визначення лужності (I_{OD}) — 0,03 см³ с (НСІ) = 0,1 моль/дм³, витраченої на титрування 100 см³ горілки.

Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань з абсолютною похибкою $\pm 0,2$ см³ с (НСІ) = 0,1 моль/дм³, витраченої на титрування 100 см³ горілки за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

5.4.1 Хімічний метод

5.4.1.1 Засоби виміральної техніки, реактиви

Бюретка 1-1-2-25 — згідно з ГОСТ 29251

Кралецька скла лабораторна — згідно з ГОСТ 25335

Піпетка 2-2-100 — згідно з ГОСТ 25336

Циліндр 1-1-100 — згідно з ГОСТ 1770

Метилловий червоний (індикатор) згідно з чинними нормативними документами; 0,1 г індикатора розчиняють під час нагрівання (в водній бані) в 100 см³ етилового ректифікованого спирту шотою очистки, термін зберігання розчину — 6 міс. за температури зберігання від 10 °С до 20 °С.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, розчин s (НСІ) = 0,1 моль/дм³, термін зберігання розчину — 6 міс. за температури від 10 °С до 20 °С.

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.4.1.2 Проведення аналізу

У кінчну колбу місткістю 250 см³ вносять 100 см³ досліджуваної горілки і титрують її в присутності двох крапель індикатора метилового червоного розчином соляної кислоти s (НСІ) = 0,1 моль/дм³ до переходу жовтого забарвлення в оранжево-рожеве (початок переходу забарвлення).

Об'єм водно-спиртового розчину, розраховують за формулою

$$V_r = (V_{в.с.} \cdot \varphi_1) / \varphi_2, \quad (1)$$

5.4.2 Потенціометричний метод

5.4.2.1 Засоби виміральної техніки і реактиви

Іонмір універсальний будь-якої марки — згідно з чинними нормативними документами

Бюретка 1-1-2-25 — згідно з ГОСТ 29251

Піпетка 2-2-100 — згідно з ГОСТ 29169

Склянки хімічні Н-2-25 ТХС і Н-2-250 ТХС — згідно з ГОСТ 25336

Циліндр 1-1-100 — згідно з ГОСТ 1770

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, розчин s (НСІ) = 0,1 моль/дм³

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.4.2.2 Проведення аналізу

В хімічну склянку місткістю 250 см³ вносять 100 см³ досліджуваної горілки і проводять титрування розчином соляної кислоти s (НСІ) = 0,1 моль/дм³. Після кожного додавання розчину кислоти рідину в колбі перемішують і спостерігають за показами іонміра. Титрування закінчують за рН 6,1.

5.4.3 Опрацювання результатів аналізу

За кінцевий результат вимірювання приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань лужності ($\varphi_{сер}$), якщо розходження між ними не перевищує 0,1 см³ с (НСІ) = 0,1 моль/дм³, витраченої на титрування 100 см³ горілки.

Результат вимірювання представляють у вигляді:

$$\varphi_{сер} \text{ см}^3 \pm 0,2 \text{ см}^3, P = 0,95.$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (збіжності, внутрішньолaboratorної відтворності та міри правильності вимірювань) виконують відповідно з розділом 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання лужності наведено в таблиці 3.

Таблиця 3 — Значення нормативів контролю похибок визначення лужності горілок

Збіжність (σ) $n = 2, P = 0,95$	Відтворність (R_1) $m = 2, P = 0,95$	Міра правдивості (гранична похибка вимірювання), (K) $P = 0,95$
0,1	0,2	$\pm 0,05$

5.5 Визначення масової концентрації альдегідів

Масову концентрацію альдегідів у горілках визначають методом, що ґрунтується на реакції присутніх в досліджуваній горілці альдегідів з фуксиносірчистим реактивом 1.

Цей метод придатний для контролю горілок, горілок особливих та водно-спиртових сумішей міцністю 40 % з масовою концентрацією альдегідів в перерахунку на оцтовий альдегід 0,5—25 мг/дм³ в безводному спирті. Лінійність (L) — в діапазоні вимірювань 0,5—10 мг/дм³ альдегідів у перерахунку на оцтовий альдегід в безводному спирті.

Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань альдегідів в перерахунку на оцтовий альдегід з абсолютною похибкою $\pm 0,25$ мг/дм³ в безводному спирті за довірчої ймовірності $P = 0,95$.

Для визначення використовують безпосередньо горілку або горілку особливу (попереднє перерахунку не проводять)

Горілки міцністю більше 40 % розбавляють дистильованою водою до 40 % за температури 20 °С, для визначення масової концентрації альдегідів в горілках міцністю 37,5 % використовують типові розчини, які попередньо розбавляють дистильованою водою до міцності 37,5 %.

5.5.1 Готування водно-спиртового розчину міцністю 40 %

Об'єм горілки (V_r), який необхідно змішати з дистильованою водою, щоб отримати необхідний об'єм водно-спиртового розчину, розраховують за формулою

$$V_r = (V_{в.с.} \cdot \varphi_1) / \varphi_2, \quad (1)$$

де $V_{в.с.}$ — об'єм водно-спиртової суміші, який необхідно приготувати, см³.

φ₁ — необхідна міцність водно-спиртового розчину (40 %);
 φ₂ — міцність горілки, яку необхідно розбавити, %
 У разі проведення арбітражних досліджень міцність отриманого водно-спиртового розчину вимірюють ареометром для спирту в циліндрі місткістю 250 см³.

5.5.2 Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої і реактиви
 Колориметр фотоелектричний лабораторний — згідно з чинними нормативними документами
 Секундомір — згідно з чинними нормативними документами
 Штатив для пробірок — згідно з чинними нормативними документами
 Банка водяна — згідно з чинними нормативними документами
 Термометр рідинний скляний діапазоном вимірювання від 0 °С до 55 °С з ціною поділки 0,1 або 0,5 °С — згідно з ГОСТ 28498

Піпетки 1-1-2-1-1-2-2-10 — згідно з ГОСТ 29227
 Пробірки місткістю 25 (50) см³ з прищліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Типові розчини для визначення масової концентрації альдегідів в перерахунок на оцтовий альдегід 2; 4; 6; 8 мг/дм³ безводного спирту — згідно з чинними нормативними документами
 Фуксиносірчистий реактив 1 — згідно з чинними нормативними документами
 Фуксиносірчистий реактив 2 зберігають за температури (10 ± 5) °С (в холодильнику). Перед виконанням аналізу реактив виставляють з вмістом оцетальдегіду 3 мг/дм³ безводного спирту, додають 2 см³ фуксиносірчистого реактиву 1, витримують 20 хв і після цього визначають на фотокolorиметрі оптичну густину в кюветі товщиною 20 мм з світлофільтром з довжиною світлової хвилі 540 нм. Оптична густина повинна бути в межах 0,05—0,15. Якщо оптична густина нижча 0,05, то реактив для кількісного визначення не застосовують. Періодичність перевірки фуксиносірчистого реактиву 1 — двічі на місяць.

5.5.3 Проведення аналізу
 Перед проведенням досліджень типові розчини і дослідні горілки витримують за однакової температури не менше 30 хв.
 Отримання градуовальних характеристик типових розчинів і дослідження зразків горілки проводять одночасно в однакових умовах аналізу.

Для побудови градуовальної залежності в чотири пробірки поміщають по 10 см³ типових розчинів з вмістом оцтового альдегіду відповідно 2; 4; 6; 8 мг/дм³ безводного спирту. В п'яту (п-ну) пробірку вносять 10 см³ досліджуваної горілки. Одночасно досліджують не більше 10 проб (аражують типові розчини). Пробірки поміщають у водяну баню за температури (20 ± 0,5) °С і витримують протягом 10 хв. Після цього в усі пробірки додають по 2 см³ фуксиносірчистого реактиву 1. Пробірки закривають прищліфованими корками, перемішують вміст і витримують за температури (20 ± 0,5) °С протягом 20 хв. Оптичну густину (інтенсивність забарвлення) розчинів визначають на фотокolorиметрі з світлофільтром з довжиною світлової хвилі 540 нм у кюветі товщиною 20 мм. Розчином порівняння є дистильована вода.

5.5.4 Зарахування результату вимірювань
 Оптичну густину кожного розчину визначають не менше як з двох паралельних вимірювань і з отриманих значень знаходять середнє арифметичне.

За отриманими після колориметрування результатами будують градуовальний графік, віддаючи на осі абсцис значення масової концентрації альдегідів, а на осі ординат — відповідні їм значення оптичної густини типових розчинів. Масштаб виконання графіка повинен бути досить великим, щоб не знижувати точність результатів на стадії оброблення даних.

Залежність між оптичною густиною і масовою концентрацією альдегідів з типових розчинів на градуовальному графіку повинна бути лінійною.
 За оптичною густиною досліджуваної горілки по градуовальному графіку знаходять масову концентрацію альдегідів в цій горілці.

Для будування градуовальної залежності можна застосовувати засоби обчислювальної техніки (комп'ютери, електронні таблиці, відповідні програми для оброблення та візуалізації даних).

За кінцевої результат приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень масової концентрації альдегідів в перерахунок на оцтовий альдегід (ρ_{сер}), якщо розходження між ними не перевищує 0,15 мг/дм³ альдегідів в перерахунок на оцтовий альдегід в безводному спирті.
 Результат визначення представляють у вигляді:

$$\rho_{сер} \text{ мг/дм}^3 \pm 0,25 \text{ мг/дм}^3; P = 0,95$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (збіжності, внутрішньолaboratorної відтворності та міри правильності вимірювань) виконують відповідно з розділом 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання масової концентрації альдегідів наведено в таблиці 4.

Таблиця 4 — Значення нормативів контролю характеристик похибки визначення масової концентрації альдегідів

Збіжність (z), n = 2, P = 0,95	Значення нормативів контролю, масова концентрація альдегіду в перерахунок на оцтовий альдегід в безводному спирті, мг/дм ³	
	Внутрішньолaboratorна відтворність (P _в), m = 2, P = 0,95	Міра правильності (границя похибки вимірювань), (K), P = 0,95
0,15	0,45	0,25

5.6 Визначення масової концентрації сивушного масла

Основа сивушного масла — це суміші вищих спиртів: пропілового, ізопропілового, бутілового, ізобутілового, амілового, ізоамілового.

Метод визначення масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом дає можливість визначити загальну кількість вищих спиртів (за знятком пропілового та ізопропілового, які не дають кольорової реакції з саліциловим альдегідом) в перерахунок на суміш ізобутілового та ізоамілового спиртів, які в типових розчинах перебувають в співвідношенні 1:1.

Метод визначення масової концентрації сивушного масла з парадиметиламінобензалдегідом (П-ДМАБА) дає можливість визначити загальну кількість вищих спиртів в перерахунок на суміш пропілового, ізобутілового, ізоамілового, які в типових розчинах перебувають в співвідношенні 3:1:1. Визначення сивушного масла здійснюють одним з двох наведених методів.
 У разі виникнення розбіжностей в оцінці якості застосовують метод визначення сивушного масла з саліциловим альдегідом.

5.6.1 Визначення масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом

Метод ґрунтується на реакції присутніх в досліджуваній горілці вищих спиртів з розчином саліцилового альдегіду в присутності сірчаної кислоти.

Нижня границя визначення масової концентрації сивушного масла в перерахунок на суміш ізоамілового та ізобутілового спиртів (1:1) в безводному спирті (LOD) — 0,5 мг/дм³

Лінійність (L) — в діапазоні вимірювань 0,5 — 10 мг/дм³ сивушного масла в перерахунок на суміш ізоамілового та ізобутілового спиртів (1:1) в безводному спирті.

Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань масової концентрації сивушного масла в перерахунок на суміш ізоамілового та ізобутілового і пропілового спиртів (1:1) в безводному спирті (P = 0,95).

5.6.1.1 Засоби вимірювальної техніки і реактиви
 Колориметр фотоелектричний лабораторний — згідно з чинними нормативними документами
 Секундомір — згідно з чинними нормативними документами
 Штатив для пробірок — згідно з чинними нормативними документами
 Піпетки 1-1-2-0,5; 1-2-2-5 і 1-2-2-10 — згідно з ГОСТ 29227

Пробірки місткістю 50 см³ з прищліфованими корками згідно з чинними нормативними документами

Кислота сірчана, що витримує пробу Савалля, х.ч. — згідно з ГОСТ 4204 або ос.ч. — згідно з ГОСТ 14262, концентрована.

Спиртовий розчин саліцилового альдегіду з об'ємною часткою 1 % згідно з чинними нормативними документами, термін зберігання розчину за температури від 4 °С до 20 °С — 12 місяців з дня приготування.

Типові розчини для визначення масової концентрації сивушного масла згідно з чинними нормативними документами, термін зберігання за температури від мінус 5 °С до 20 °С — 12 місяців з дня приготування.

5.6.1.2 Проведення аналізу

Масову концентрацію сивушного масла в горішках визначають після їх попередньої перегонки згідно з 5.3.

Метод ґрунтується на колориметричному вимірюванні оптичної густини досліджуваного забарвленого розчину, отриманого після реакції присутніх в горішках вищих спиртів з саліциловим альдегідом в присутності концентрованої сірчаної кислоти.

10 см³ концентрованої сірчаної кислоти вносять у пробірки з пришліфованими корками, обережно відчеплюючи додати в першу пробірку — 5 см³ досліджуваного відгону горілки, а інші — відповідним чином, щоб не відбувалось змішування рідин, а утворювалось безводного спирту додають по 0,7 см³ спиртового розчину саліцилового альдегіду, пробірки закривають корками. Пробірки по черговою перемішують і ставлять через точні проміжки часу в киплячу водяну баню. Протягом інтервал часу, вимірюють з бані, занурюють в проточну холодну воду, витримуючи встановлений домі для швидкого охолодження (протягом 1 хв) до кімнатної температури (20 ± 5) °С. Інтенсивність утвореного в результаті реакції жовтого забарвлення (оптичну густину розчину) вимірюють відразу на фотоспектроколориметрі з світлофільтром з довжиною світлової хвилі 540 нм у кюветі товщиною 20 мм в порівнянні з дистильованою водою.

5.6.1.3 Опрацювання результатів вимірювань

Для розрахунку масової концентрації сивушного масла слід ввести поправку на присутні у відгоні горілки альдегіди, які також реагують з саліциловим альдегідом. Для цього від отриманих після колориметрування значень оптичної густини слід відняти значення розрахункової оптичної густини, яка відповідає кількості альдегідів, які визначають за 5.5. Ці значення оптичних густин наведено в таблиці 5.

Таблиця 5 — Поправкові значення для розрахунку оптичної густини залежно від масової концентрації альдегідів

Масова концентрація альдегідів в горішці, в перерахунку на оптовий альдегід в безводному спирті, мг/дм ³	Поправкові значення для розрахунку оптичної густини для фотоспектроколориметра		Коеф-3
	ФЕК-56 М	Коеф-2	
2,0	0,010	0,015	0,017
2,5	0,015	0,020	0,022
3,0	0,020	0,025	0,028
4,0	0,030	0,040	0,040
5,0	0,040	0,050	0,052
6,0	0,050	0,060	0,064
7,0	0,060	0,075	0,076
7,5	0,065	0,080	0,081
8,0	0,070	0,085	0,087
8,5	0,075	0,090	0,093
9,0	0,080	0,100	0,099
10,0	0,090	0,110	0,111

За отриманими результатами будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис значення масової концентрації сивушного масла, а на осі ординат — відповідні значення оптичної густини типових розчинів.

Оптичну густину кожного розчину визначають не менше двох разів, з отриманих значень знаходять середнє арифметичне.

Залежність між оптичною густиною і масовою концентрацією сивушного масла в типових розчинах на градувальному графіку повинна бути лінійна.

Масову концентрацію сивушного масла в досліджуваному відгоні горілки визначають за оптичною густиною досліджуваного розчину (мінус поправка на вміст альдегідів) за градувальним графіком. Для будівництва градувальної залежності можна застосовувати засоби обчислювальної техніки (комп'ютери, електронні таблиці, відповідні програми для оброблення та візуалізації даних).

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень масової концентрації сивушного масла ($P_{сер}$). Якщо розходження між ними не перевищує 0,3 мг/дм³ сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) з безводному спирті. Результат визначення представляють у вигляді:

$$P_{сер} \text{ мг/дм}^3 \pm 0,15 \text{ мг/дм}^3; P = 0,95$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (збіжності, внутрішньолaboratorної відтворності та міжправильності вимірювань) виконують відповідно з розділом 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання масової концентрації сивушного масла в горішках наведено в таблиці 6.

Таблиця 6 — Значення нормативів контролю характеристик похибки визначення масової концентрації сивушного масла з саліциловим альдегідом в горішках

Значення нормативів контролю		
масова концентрація сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) в безводному спирті, мг/дм ³		
Збіжність (Δ), $n = 2, P = 0,95$	Внутрішньолaboratorна відтворність (R_A), $m = 2, P = 0,95$	Міра правильності (граничі похибки вимірювання), (K_A), $P = 0,95$
0,3	0,6	0,15

5.6.2 Визначення масової концентрації сивушного масла з П-ДМАБА

Метод ґрунтується на колориметричному визначенні оптичної густини досліджуваного розчину після реакції присутніх в горішках вищих спиртів з розчином парадиметиламінобензолсульфатиду в концентрованій сірчаній кислоті.

Нижня границя визначення масової концентрації сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1:1) в безводному спирті (LOD) — 0,5 мг/дм³.

Лінійність (L) — в діапазоні вимірювань 1,0 — 10 мг/дм³ сивушного масла в перерахунку на суміш пропілового, ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1:1) в безводному спирті.

Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань масової концентрації сивушного масла з погрешкою не суміш пропілового, ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1:1) в безводному спирті $P = 0,95$.

5.6.2.1 Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої і реактиви

Ваги лабораторні загального призначення другого класу з найбільшою границею заважування 200 г — згідно з чинними нормативними документами

Колориметр фотоелектричний лабораторний — згідно з чинними нормативними документами

Секундомір — згідно з чинними нормативними документами

Штатив для пробірок — згідно з чинними нормативними документами

Колба Кн-100 — згідно з ГОСТ 25336

Піпетки 1-1-2-0,5; 1-2-2-5 і 1-2-2-10 — згідно з ГОСТ 29227

Пробірки місткістю 50 см³ з пришліфованими корками — згідно з чинними нормативними документами

Кислота сірчана, що витримус пробу Саваля, х.ч. — згідно з ГОСТ 4204 або ос.ч. — згідно з ГОСТ 14262, концентрована

5.7 Визначення масової концентрації естерів

Метод ґрунтується на фотоелектроколориметричному визначенні інтенсивності забарвлення після реакції хлориду заліза (III) шестиводного із гідроксидною кислотою, яка утворюється в результаті взаємодії естерів дослідної горілки і солянокислого гідроксилану в лужному середовищі.

Нижня границя визначення масової концентрації естерів в перерахунок на октоетиловий естер з безводною спирти (LOD) — 0,5 мг/дм³.

Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань масової концентрації естерів з похибкою на октоетиловий естер в безводному спирті з абсолютною похибкою ± 0,25 мг/дм³ за довірчої ймовірності P = 0,95.

5.7.1 Засоби вимірювальної техніки, реактиви і матеріали

Ваги аналітичні лабораторні загального призначення другого класу з найбільшою межею заважування 200 г — згідно з чинними нормативними документами.

Колориметр фотоелектричний лабораторний — згідно з чинними нормативними документами.

Секундомір — згідно з чинними нормативними документами.

Термометри рідинні скляні, діапазон вимірювання від 0 °С до 55 °С, з ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498

Лішки — згідно з ГОСТ 25336

Колби 1-500-2 і 1-1000-2 — згідно з ГОСТ 1770

Колби Кн-2-25-18 ТХС і Кн-2-50-18 ТХС — згідно з ГОСТ 25336

Піпетки 1-2-2-5, 1-2-2-10 і 1-2-2-25 — згідно з ГОСТ 29227

Склянки для заважування — згідно з ГОСТ 25336

Циліндри 1-25, 1-250 і 1-500 — згідно з ГОСТ 1770

Гідроксилан солянокислий — згідно з ГОСТ 5456, розчин концентрацією 2 моль/дм³

Заліза (III) хлорид б-водний — згідно з ГОСТ 4147, розчин с(FeCl₃ · 6H₂O) = 0,37 моль/дм³

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, розчин с(HCl) = 4 моль/дм³

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин с(NaOH) = 3,5 моль/дм³

Папір фільтрувальний лабораторний — згідно з ГОСТ 12025

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.7.2 Готування розчину

5.7.2.1 Готування розчину солянокислого гідроксилану концентрацією 2 моль/дм³

Наважку солянокислого гідроксилану масою (69,60 ± 0,01) г розчиняють в 200 см³ дистильованої води у мірній колбі місткістю 500 см³ і доводять об'єм до позначки. Отриманий розчин перемішують і зберігають за температури від 2 °С до 10 °С протягом 30 дб.

5.7.2.2 Готування розчину соляної кислоти с(HCl) = 4 моль/дм³

500 см³ дистильованої води наливають у мірну колбу місткістю 1 дм³, поступово за безперервного перемішування додають 333 см³ концентрованої соляної кислоти, ретельно перемішують і охолоджують до температури 20 °С. Об'єм розчину доводять до позначки дистильованою водою і знову перемішують. Розчин придатний для використання протягом 30 дб. Зберігають за температури від 10 °С до 20 °С.

5.7.2.3 Готування розчину хлориду заліза (III) б-водного с(FeCl₃ · 6H₂O) = 0,37 моль/дм³

Наважку хлориду заліза (III) б-водного масою (50,00 ± 0,01) г розчиняють в 400 см³ дистильованої води у мірній колбі місткістю 500 см³, додають 12,5 см³ розчину соляної кислоти с(HCl) = 4 моль/дм³, перемішують, доводять об'єм до позначки дистильованою водою і знову перемішують. Під час зберігання розчину може утворюватись осад, який перед використанням необхідно відфільтрувати. Розчин зберігають за температури від 5 °С до 20 °С протягом 30 дб.

5.7.2.4 Готування розчину гідроксиду натрію с(NaOH) = 3,5 моль/дм³

Наважку гідроксиду натрію масою (70,00 ± 0,01) г розчиняють в 400 см³ дистильованої води у мірній колбі місткістю 500 см³, охолоджують до температури 20 °С, доводять об'єм отриманого розчину до позначки дистильованою водою і знову перемішують. Розчин зберігають за температури (5 ± 20) °С протягом 30 дб.

5.7.2.5 Готування розчину реакційної суміші

Перед проведенням аналізу готують розчин реакційної суміші змішуванням рівних об'ємів розчинів солянокислого гідроксилану

Парадиметиламінобензальдегід (П-ДМАБА) — згідно з чинними нормативними документами, розчин з масовою концентрацією П-ДМАБА 0,0750 г в 100 см³ сірчаної кислоти; 0,0750 г П-ДМАБА, сірчаної кислоти, доводять об'єм до мітки тією самою кислотою і перемішують. Розчин зберігають за температурою від 2 °С до 10 °С не більше 30 дб.

Типові розчини для визначення масової концентрації сивушного масла — згідно з чинними нормативними документами

Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.6.2.2 Проведення дослідження

У пробірки з пришифкованими пробками вносять по 10 см³ розчину П-ДМАБА, обережно по стінці пробірки додають в першу пробірку 5 см³ досліджуваного відгону горілки, в інші відповідно по 5 см³ типових розчинів з вмістом сивушного масла в перерахунок на суміш пропілового-ізобутилового-амілового спирти в співвідношенні (3:1:1) відповідно 3, 4, 7, 10 мг/дм³ в безводному спирті таким чином, щоб не відбувалось змішування рідин, а утворилось два шари, пробірки закривають корками, інтенсивно перемішують, почергово через точки проміжки часу пробірки вносять в киплячу водну баню і витримують точно 30 хв. Після цього пробірки в тій самій послідовності, витримуючи дозволений інтервал часу, знімають з бані, занурюють у проточну холодну воду (краще у водяну баню з льодом) для швидкого охолодження (протягом 1 хв) до кімнатної температури (20 ± 5) °С.

Інтенсивність утвореного в результаті реакції рожево-оранжевого забарвлення вимірюють відразу після охолодження на фотоелектроколориметрі при світлофільтрі з довжиною світлової хвилі 430 нм у коліти товщиною 20 мм в порівнянні з дистильованою водою.

5.6.2.3 Справочування результатів вимірювання

За отриманими після колориметрування результатами будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис — значення масової концентрації сивушного масла, на осі ординат — відповідні значення оптичної густини типових розчинів. Оптичну густину кожного розчину визначають не менше як з двох паралельних вимірювань і з отриманих значень знаходять середнє арифметичне.

За оптичною густиною дослідної горілки по градувальному графіку знаходять масову концентрацію сивушного спирту в цій горілці.

Залежність між оптичною густиною і масовою частотою вмісту сивушного спирту в розчині нах на градувальному графіку повинна бути лінійна. Для будування градувальної залежності можна застосовувати засоби обчислювальної техніки (комп'ютери, електронні таблиці, відповідні програми для оброблення та візуалізації даних).

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень масової концентрації сивушного масла (P_{сер}), якщо розходження між ними не перевищує 0,5 мг/дм³ сивушного масла в перерахунок на суміш пропілового, ізобутилового та ізобутилового спиртів (3:1:1) в безводному спирті.

Результат визначення представляють у вигляді:

$$P_{сер} \text{ мг/дм}^3 \pm 0,75 \text{ мг/дм}^3, P = 0,95.$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (зближеності, внутрішньолaborаторної відтворності та міри правдивості змирювань) виконують відповідно з розділом 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання масової концентрації сивушного масла з парадиметиламінобензальдегідом в горілках наведено в таблиці 7.

Таблиця 7 — Значення нормативів контролю характеристик похибки визначення масової концентрації сивушного масла з парадиметиламінобензальдегідом в горілках

Значення нормативів контролю масової концентрації сивушного масла в перерахунок на суміш пропілового, ізобутилового та ізобутилового спиртів (3:1:1) в безводному спирті, мг/дм ³	
Зблизженість (P _з), P = 0,95	Знутрішньолaborаторної відтворності (P _в), P = 0,95
0,7	1,3
Міра повільності (границя похибки вимірювання), (K), P = 0,95	
= 0,7	

2 моль/дм³ і гідроксиду натрію с(NaOH) = 3,5 моль/дм³, враховуючи те, що на проведення аналізу одного зразка дослідної горілки витрачається 12 см³ суміші. Отриману суміш перемішують і використовують для аналізу не пізніше ніж через 6 год з моменту готування.

5.7.3 Проведення аналізу

В процесі проведення аналізу готують дослідні розчини А і Б.
 В дві конічні колби місткістю 50 см³ вносять по 6 см³ реакційної суміші. Потім в одну з колб (колба Б) додають 3 см³ розчину соляної кислоти і перемішують протягом 1 хв. Вміст цієї колби називають розчином Б. Вміст іншої — розчином А.
 В обидві колби вносять по 18 см³ досліджуваної горілки і одночасно обережно перемішують протягом 2 хв.
 В колбу з розчином А додають 3 см³ розчину соляної кислоти і також перемішують протягом 1 хв. В обидві колби додають по 3 см³ розчину хлориду заліза (III) 6-водного і одночасно перемішують їх вміст вищевисказаним способом протягом однієї хвилини.
 Інтенсивність забарвлення розчину А вимірюють відразу після перемішування у порівнянні з розчином Б на фотоелектроколориметрі за довжини світлової хвилі 540 нм у кюветі товщиною 50 мм.

5.7.4 Опрацювання результату вимірювання
 Масову концентрацію естерів в горілках розраховують за формулою:

$$P_{\text{ec}} = (D - 100) / 0,0256 \cdot \varphi, \quad (2)$$

де P_{ec} — масова концентрація естерів у безводному спирті, мг/дл³;
 D — оптична густина;
 $0,0256$ — постійний коефіцієнт, отриманий експериментально;
 φ — міцність досліджуваної горілки, %.
 За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень масової концентрації естерів (P_{ec}), якщо розходження між ними не перевищує 0,3 мг/дм³ естерів в перерахунку на оцтовоетиловий ефір в безводному спирті.
 Результат визначення представляють у вигляді:

$$P_{\text{ec}} \text{ мг/дм}^3 \pm 0,25 \text{ мг/дм}^3, P = 0,95.$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (збіжності, внутрішньолaboratorної відтворності та міри правильності вимірювань) виконують відповідно до розділу 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання масової концентрації естерів у горілках наведені в таблиці 8.
 Таблиця 8 — Значення нормативів контролю характеристик похибки визначення масової концентрації естерів

Значення нормативів контролю масової концентрації естерів в перерахунку на оцтовоетиловий ефір в безводному спирті, мг/дл ³	
Збіжність (z), n = 2, P = 0,95	Міра похибки (в границях похибки вимірювання), (K), P = 0,95
0,3	0,5 ± 0,2

5.8 Визначення об'ємної частки метилового спирту
 Метод ґрунтується на фотоелектроколориметричному вимірюванні інтенсивності забарвлення, отриманого після взаємодії динатрієвої солі хромотропової кислоти з формальдегідом, який утворюється в результаті окислення метилового спирту, що містяться в досліджуваній відгонці горілок, перманганатом калію.
 Нижня границя визначення об'ємної частки метанолу безводному спирті (L_{0D}) — 0,002 %.
 Лінійність (L) — в діапазоні вимірювань об'ємної частки метанолу (0,002—0,13) % в безводному спирті.
 Методика виконання аналізу забезпечує виконання вимірювань об'ємної частки метанолу в горілках з абсолютною похибкою ± 0,002 % в безводному спирті за довірчої ймовірності P = 0,95.
 Визначення об'ємної частки метанолу проводять з відгону горілки, отриманого під час аналізу.

5.8.1 Засоби вимірювальної техніки, допоміжні пристрої і реактиви
 Ваги лабораторні загальної призначення другого класу з найбільшою границею заважування 200 г — згідно з чинними нормативними документами.
 Колориметр фотоелектричний лабораторний (фотоелектроколориметр) — згідно з чинними нормативними документами

Секундомір — згідно з чинними нормативними документами
 Бачка водяна — згідно з чинними нормативними документами
 Штатив для пробірок — згідно з чинними нормативними документами
 Термометр рідинний скляний, діапазон вимірювання від 0 °С до 55 °С з ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498

Колби 2-50-2, 2-100-2 та 2-500-2 — згідно з ГОСТ 1770
 Плитки 1-1-2-1; 1-1а-2-1 та 1-2-2-5 — згідно з ГОСТ 29227
 Пробірки місткістю 25 (50) см³ з прищліфованими корками — згідно з чинними нормативними документами

Калій марганцовоокислий — згідно з ГОСТ 20490, водний розчин з масовою часткою 1,5 %
 Кислота сірчана, яка витримує пробу Савая, х.ч. — згідно з ГОСТ 4204 або ос.ч. — згідно з ГОСТ 14262

Натрій сірчистоокислий — згідно з ГОСТ 195, водний розчин з масовою концентрацією ± 0 %
 Хромотропової кислоти динатрієва сіль 2-водна, ч.д.а. — згідно з чинними нормативними документами, водний розчин з масовою часткою 2 %
 Кислота ортофосфорна — згідно з ГОСТ 6852

Типові розчини з об'ємною часткою метанолу 0,005, 0,01 і 0,03 % з безводному спирті — згідно з чинними нормативними документами
 Вода дистильована — згідно з ГОСТ 6709.

5.8.2 Підготовка до виробовування
5.8.2.1 Готування водного розчину динатрієвої солі хромотропової кислоти з масовою часткою 2 %

Наважку динатрієвої солі хромотропової кислоти масою (1,00 ± 0,01) г розчиняють в 25 см³ дистильованої води у мірній колбі місткістю 50 см³ і доводять об'єм розчину до позначки дистильованою водою за температури 20 °С. За наявності нерозчинених часток розчин фільтрують. Реактив зберігають в скляній з прищліфованим корком за температури від 2 °С до 8 °С 5—14 діб, тому рекомендувано готувати 10 см³ розчину, для чого до наважки (0,20 ± 0,01) г в стаканчику для заважування додають 10 см³ дистильованої води, перемішують скляною паличкою до розчинення.

5.8.2.2 Готування водного розчину перманганату калію з масовою часткою 1,5 % в кислому середовищі

Наважку перманганату калію масою (1,50 ± 0,01) г розчиняють під час нагрівання у водній бані з 50 см³ дистильованої води, додають 7,5 см³ ортофосфорної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³ і доводять об'єм до позначки дистильованою водою. Отриманий розчин переносять в склянку із темного скла з прищліфованим корком і використовують для аналізу не раніше ніж через 2 доби.

Темпін зберігання розчину 30 діб за температури від 5 °С до 20 °С

5.8.2.3 Готування водного розчину сірчистоокисло натрію з масовою концентрацією 20 %

Наважку сірчистоокисло натрію масою (20,00 ± 0,01) г розчиняють за температури не вищій ніж 40 °С з 70—80 см³ дистильованої води у мірній колбі місткістю 100 см³, охолоджують до температури (20 ± 0,2) °С, і об'єм розчину доводять до позначки дистильованою водою.
 Реактив в розчин окислюється киснем повітря, термін зберігання за температури від 2 °С до 8 °С не більше 5 діб.

5.8.3 Проведення аналізу

У пробірці з прищліфованими корками набирають по 2 см³ розчину перманганату калію, з пробірки додають по 0,2 см³ одного з типових розчинів або відгону горілок, одразу ж вміст пробірок перемішують і відзначають час для витримки протягом (8 ± 0,05) хв, по закінченні витримки у кожну пробірку вносять по 0,4 см³ сірчистоокисло натрію для знебарвлення реакційної середовища і перемішують. Потім додають по 4 см³ концентрованої сірчаної кислоти, одразу ж пробірки пере-

мішують і поміщають приблизно на 2—3 хв у баню з холодною водою для охолодження до температури $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$. Після чого з кожну пробірку додають по 0,1 см³ розчину динатрієвої солі хромілової кислоти. Вилст пробірок перемішують і поміщають у баню з киплячою водою на 5 хв.

Потім пробірки виймають і охолоджують до температури $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ у бані з холодною водою. Інтенсивність забарвлення (оптичну густину), що утворилася в результаті проведеної реакції, вимірюють на фотоелектроколориметрі за довжини світлової хвилі 540 нм у кюветках товщиною 10 мм в порівнянні з дистильованою водою.

5.8.4 Опрацьовування результатів вимірювань

За отриманими після колориметрування типових розчинів результатами будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис — значення об'ємної частки метанолу, на осі ординат — відповідні значення оптичної густини.

Оптичну густину кожного розчину визначають не менше ніж два рази і за отриманими значеннями знаходять середнє арифметичне.

Перед проведенням аналізу відігоні горілох міцністю більше ніж 40 % попередньо розбавляють дистильованою водою до 40 % за температури 20 °С, як описано вище. Отримання градувальних характеристик типових розчинів і досліджування відігонів горілох проводять одночасно і в одних і тих же умовах аналізу.

За оптичною густиною дослідного відгону по градувальному графіку визначають об'ємну частку метилового спирту у горілоках.

Залежність між оптичною густиною і об'ємною часткою метилового спирту в досліджуваних розчинах на градувальному графіку повинна бути лінійна.

За кінцевий результат вимірювання приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань об'ємної частки метилового спирту ($\varphi_{\text{сер}}$), якщо розходження між ними не перевищує 0,002 % абсолютної величини за довірчої ймовірності $P = 0,95$. Результат вимірювання представляють у вигляді:

$$\varphi_{\text{сер}} \% \pm 0,002 \% ; P = 0,95$$

Контроль якості вимірювань в лабораторії (збіжності, внутрішньолaboratorної відтворності та міри правильності вимірювань) виконують відповідно з розділом 6. Значення нормативів контролю характеристик похибки вимірювання об'ємної частки метилового спирту наведені в таблиці 9.

Таблиця 9 — Значення нормативів контролю характеристик похибки визначення об'ємної частки метилового спирту

Значення нормативів контролю, об'ємна частка, %	
Збіжність (τ), $n = 2, P = 0,95$	Міра правильності відтворності (R), $m = 2, P = 0,95$
0,002	0,005
	Міра правильності (границя похибки вимірювання), (K), $P = 0,95$
	$\pm 0,002$

6 КОНТРОЛЬ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ ПІД ЧАС ВИКОНАННЯ АНАЛІЗІВ ГОРІЛОК І ГОРІЛОК ОСОБЛИВИХ

6.1 Оперативний контроль збіжності

Оперативний контроль збіжності τ проводять під час виконання кожного аналізу напою порівнянням різниці результатів двох паралельних визначень однієї і тієї самої проби, отриманих одним аналітиком в одних і тих же умовах з нормативом контролю збіжності.

Збіжність результатів паралельних визначень τ вважається задовільною, якщо

$$\tau = \varphi_1 - \varphi_2 \leq \tau_n \quad (3)$$

де φ_1 — більший результат із двох паралельних визначень;

φ_2 — менший результат із двох паралельних визначень;

τ_n — норматив оперативного контролю збіжності.

Значення нормативів контролю збіжності наведені в таблицях 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9.

6.2 Контроль відтворності

Контроль відтворності R в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці. Зразками контролю є реальні горілки напої (laboratorні контрольні зразки з однієї партії напою, які зберігають протягом року) або тестовий матеріал.

Дві паралельні проби одного і того самого напою аналізують відповідно з методикою, використовуючи різні партії реактивів, різні набори laboratorного посуду, різний час проведення аналізу, різних аналітиків. Отримують два результати аналізу (φ_1 і φ_2) в умовах внутрішньолaboratorної відтворності.

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

$$R = \varphi_1 - \varphi_2 \leq R_n \quad (4)$$

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 наведені в таблицях 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9.

6.3 Контроль міри правильності

6.3.1 Внутрішній контроль міри правильності (границі похибки) К в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу на три місяці. Для контролю міри правильності використовують стандартний зразок або сертифікований стандартний зразок згідно [4]. Концентрації компонентів у ньому повинні бути близькі до концентрацій в аналізованих зразках — 0,0001—0,0025 % (1,0—25,0 мг/дм³).

$$K = \rho_1 - \rho_0 \leq K_n, \text{ та } K = \varphi_1 - \varphi_0 \leq K_n \quad (5)$$

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

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

φ_1 — результат визначення об'ємної частки етилового або метилового спирту у стандартному зразку, %;

φ_0 — атестоване значення об'ємної концентрації компонента у стандартному зразку, %;

K_n — норматив контролю міри правильності (границі похибки), наведені в таблицях 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9.

6.3.2 Зовнішній контроль міри правильності (границі похибки) К здійснюють періодично, але не рідше одного разу на рік у рамках міжlaboratorних виробовувань або програм професійного тестування. Для зовнішнього контролю міри правильності використовують стандартний зразок або сертифікований стандартний зразок згідно [4]. Концентрації компонентів у ньому повинні бути близькими до концентрацій в реальних аналізованих зразках.

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

ДОДАТОК А

(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Fluka. Catalogue 15. Chemica-BioChemica, 1986/87, Copyright, 1986 by Fluka AG, Buchs-p/1153.
- 2 Технологічний регламент на виробництво горілок і лікєро-горілочаних напоїв ТР У 18.5084-96, затверджений Держхарчопромом України 19.12.1996.
- 3 Таблицы спиртометрические. Справочное пособие. УкрНИИспиртблосрод, К. 2002.
- 4 ТУ У 18.426-99 Розчини водно-етанольні типові.

67.160.10

Ключові слова: горілки, горілки особливі, відбирання проб, вибірка, правила приймання, метод аналізу, органолептичні показники, колір, прозорість, смак, аромат, об'ємна частка, альдегіди, лужність, сивушне масло, естери, метиловий спирт, метрологічні характеристики, збіжність, відтворність, міра правильності.