ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53954— 2010

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Метод определения массовой концентрации золы и щелочности золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБиВП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 091 «Пивобезалкогольная и винодельческая продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2010 г. № 505-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода определения 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
5 Отбор проб 3
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Выполнение измерений 3
8 Обработка результатов измерений 4
9 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости . . . 6
10 Контроль точности измерений при реализации метода в лаборатории 7
11 Требования безопасности 7

ОКС 67.160.10

Поправка к ГОСТ Р 53954—2010 Продукция винодельческая. Идентификация. Метод определения массовой концентрации золы и щелочности золы (см. Изменение № 1, ИУС № 2—2013)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.2. Таблица 1. Графа «Диапазон измерений массовой концентрации золы, г/дм^3». Первая строка	Массовая концентрация золы, мг/дм^3, от 1,00 до 3,50	Массовая концентрация золы, г/дм^3, от 1,00 до 3,50

(ИУС № 9 2025 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Метод определения массовой концентрации золы и щелочности золы

Wine production. Identification.
Method of determining the mass concentration of ash and ash alkalinity

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию (далее — продукт) и устанавливает метод определения массовой концентрации золы в диапазоне измерений от 1,00 до 3,50 г/дм^3 и щелочности золы в диапазоне измерений от 20,00 до 50,00 мг-экв NaOH/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

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

ГОСТ Р 51144—2009 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 51653—2000 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Метод определения объемной доли этилового спирта

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696—1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода определения

Метод основан на озолении пробы продукта до полного сгорания углерода с последующим титрованием раствором щелочи в присутствии метилоранжа.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Пипетки по ГОСТ 29227 типа 2, 1-го класса точности, вместимостью 5, 10 и 20 $см^3$.

Печь муфельная, обеспечивающая температуры: (150 ± 5) °С, (175 ± 5) °С, (525 ± 25) °С.

Баня водяная.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 0,1 °С.

Тигель платиновый или кварцевый, вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 19908.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 не ниже второй категории.

Бюретка по ГОСТ 29251 1-го класса точности, вместимостью 10 $см^3$, с ценой деления 0,02 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Индикатор метиловый оранжевый по ГОСТ 4919.1.

Палочка стеклянная или полимерная.

Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ Р 51144.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Условия проведения измерений

При проведении измерений необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (25 ± 5) °С;
- атмосферное давление . . . . . (97 ± 10) кПа;
- относительная влажность . . . . . (65 ± 15) %;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
- напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

6.2 Приготовление раствора метилового оранжевого индикатора

Раствор метилового оранжевого индикатора готовят в соответствии с ГОСТ 4919.1 (пункт 3.1).

6.3 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = = 0,1 моль/дм^3

Раствор серной кислоты молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = 0,1 моль/дм^3 готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

6.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

7 Выполнение измерений

7.1 Подготовка пробы

Избыток двуокиси углерода в продукте удаляют в соответствии с ГОСТ Р 51653 (пункт 6.1).

7.2 Метод определения

7.2.1 Измерение массовой концентрации золы

7.2.1.1 Озоление проб для продуктов с массовой концентрацией сахаров не более 10,0 г/дм^3

В предварительно взвешенный и прокаленный в течение 10 мин при температуре 525 °С тигель вносят 20,0 см^3 продукта, имеющего температуру 20,0 °С. Выпаривают в муфельной печи при температуре 175 °С до обугливания.

а) Когда из обугленного остатка перестанет выделяться пар, тигель помещают в муфельную печь при температуре (525 ± 25) °С. После обугливания в течение 15 мин тигель извлекают из печи, охлаждают в течение 10 мин, приливают 5 см^3 воды, выпаривают на водяной бане при температуре 100 °С и снова нагревают при температуре 525 °С в течение 15 мин.

б) Если обугленные частицы сгорели не полностью, то вновь приливают 5 см^3 воды, выпаривают на водяной бане при температуре 100 °С и нагревают при температуре 525 °С в течение 15 мин. Так повторяют до полного озоления, пока не будут удалены полностью органические вещества и зола в тигле не приобретет белый цвет.

Затем тигель с содержимым охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и сразу же взвешивают.

Каждую пробу продукта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

7.2.1.2 Озоление проб для продукта с массовой концентрацией сахаров не менее 10,1 г/дм^3

Объем анализируемой пробы продукта должен составлять 10 см^3.

В предварительно взвешенный и прокаленный в течение 10 мин при температуре 525 °С тигель вносят 10,0 см^3 продукта, имеющего температуру 20,0 °С. Выпаривают в муфельной печи при температуре 150 °С до обугливания.

Измерения проводят по 7.2.1.1а), 7.2.1.1б).

7.2.2 Определение щелочности

7.2.2.1 Определение щелочности в продукте с массовой концентрацией сахаров не более 10,0 г/дм^3

В охлажденный кварцевый тигель, подготовленный по 7.2.1.1а), 7.2.1.1б), содержащий золу 20,0 см^3 продукта, добавляют 10,0 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, выдерживают на кипящей водяной бане в течение 15 мин, осторожно перемешивая осадок с помощью палочки для лучшего растворения. Затем добавляют две капли раствора метилоранжа и титруют избыток серной кислоты раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления желтой окраски индикатора.

Фиксируют объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка серной кислоты.

Каждую пробу продукта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

7.2.2.2 Определение щелочности в продукте с массовой концентрацией сахаров не менее 10,1 г/дм^3

В охлажденный кварцевый тигель, подготовленный по 7.2.1.1а), 7.2.1.1б), содержащий золу 10 см^3 продукта, добавляют 5,0 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, выдерживают на кипящей водяной бане от 7 до 10 мин, осторожно перемешивая осадок с помощью палочки для лучшего растворения. Затем добавляют две капли раствора метилового оранжевого индикатора и титруют избыток серной кислоты раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления желтой окраски индикатора.

Фиксируют объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование избытка серной кислоты.

Каждую пробу продукта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую концентрацию золы в продукте C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 - C_0}{V} 10^3, \quad (1)$$

где C_1 — масса тигля с золой по 7.2.1.1 или 7.2.1.2, г;

C_0 — масса пустого тигля по 7.2.1.1 или 7.2.1.2, г;

V — объем анализируемой пробы по 7.2.1.1 или 7.2.1.2, см^3;

10^3 — пересчет см^3 на дм^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

8.2 За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2|C_1 - C_2|100}{(C_1 + C_2)} \le r, \quad (2)$$

где C_1, C_2 — результаты двух параллельных определений массовой концентрации золы в продукте, г/дм^3.

Расхождение между двумя параллельными определениями (в процентах от среднего значения), выполненными в одной лаборатории, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, приведенного в таблице 1, при вероятности P = 0,95.

При соблюдении этого условия за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $C_{ср}$, округленное до второго десятичного знака.

Т а б л и ц а 1 — Основные метрологические характеристики метода определения массовой концентрации золы и щелочности золы

Диапазон измерений массовой концентрации золы, г/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\,\delta$, % при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_r, %	Предел повторяемости, r, %, P = 0,95, n = 2
От 1,00 до 3,50	5	1,5	2,5	4
От 20,00 до 50,00	3,5	1	1,5	2,8

8.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данным методом. За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4\cdot|c_{max}-c_{min}|\cdot 100}{(c_1+c_2+c_3+c_4)}\le CR_{0,95}, \qquad (3)$$

где c_{max}, c_{min} — максимальное и минимальное значения из полученных результатов четырех определений массовой концентрации золы в продукте, г/дм^3;

c_1, c_2, c_3, c_4 — значения полученных результатов четырех определений массовой концентрации золы в продукте, г/дм^3;

$CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n — результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n)\cdot\sigma_r,$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона.

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6\cdot\sigma_r, \qquad (4)$$

где σ_r — показатель повторяемости, %, указанный в таблице 1.

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют измерения в резервной пробе в соответствии с требованиями данного метода.

8.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{c}\pm 0,01\cdot\delta\cdot\bar{c},\ \text{при}\ P = 0,95,$$

где $\bar{c}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 8.2, 8.3, г/дм^3;

$\pm\,\delta$ — границы относительной погрешности измерений, %, указанные в таблице 1.

В случае если массовая концентрация золы в продукте ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, делают следующую запись в журнале: «Массовая концентрация золы не более _____ г/дм^3 (не менее_____ г/дм^3)».

8.5 Щелочность золы A для продукта с массовой концентрацией сахаров не более 10,0 г/дм^3, мг-экв$NaOH$/дм^3, рассчитывают по формуле

$$A = 5(V_{H_2SO_4} - V_{NaOH}), \qquad (5)$$

где 5 — коэффициент пересчета;

$V_{H_2SO_4}$ — объем раствора серной кислоты молярной концентрации с (H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3, добавленный в тигель с продуктом, равный 10,0 см^3 по 7.2.2.1;

V_{NaOH} — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации с ($NaOH$) = 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование избытка серной кислоты по 7.2.2.1, см^3.

8.6 Щелочность золы A' для продукта с массовой концентрацией сахаров не менее 10,1 г/дм^3, мг-экв $NaOH$/дм^3, рассчитывают по формуле

$$A' = 10(V_{H_2SO_4} - V_{NaOH}), \qquad (6)$$

где 10 — коэффициент пересчета;

$V_{H_2SO_4}$ — объем раствора серной кислоты молярной концентрации с (H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3, добавленный в тигель с продуктом, равный 5,0 см^3 по 7.2.2.2;

V_{NaOH} — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование избытка серной кислоты по 7.2.2.2, см^3.

8.7 За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2|A_1 - A_2|100}{(A_1 + A_2)} \le r, \qquad (7)$$

где A_1, A_2 — результаты параллельных определений щелочности золы, мг-экв NaOH/дм^3.

Расхождение между двумя параллельными определениями (в процентах от среднего значения), выполненными в одной лаборатории, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, приведенного в таблице 1, при вероятности P = 0,95.

При соблюдении этого условия за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $A_{ср}$, округленное до второго десятичного знака.

8.8 Если условие (7) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данным методом. За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4|A_{max} - A_{min}|100}{(A_1 + A_2 + A_3 + A_4)} \le CR_{0,95}, \qquad (8)$$

где A_{max}, A_{min} — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений щелочности золы, мг-экв NaOH/дм^3;

A_1, A_2, A_3, A_4 — значения полученных результатов четырех определений щелочности золы в продукте, мг-экв NaOH/дм^3;

$CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r.$$

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \qquad (9)$$

где σ_r — показатель повторяемости, %, указанный в таблице 1.

Если условие (8) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют измерения в резервной пробе в соответствии с требованиями данного метода.

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

$$\overline{A} \pm 0,01\delta\overline{A}, \text{ при } P = 0,95,$$

где $\overline{A}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 8.7, 8.8, мг-экв NaOH/дм^3;

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности измерений, %, указанные в таблице 1.

В случае если содержание щелочности золы ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, делают следующую запись в журнале: «Щелочность золы не более _____ мг-экв NaOH/дм^3 (не менее _____ мг-экв NaOH/дм^3)».

9 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений 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 каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формулам:

$$|c_{ср1} - c_{ср2}| \le CD_{0,95}, \quad (10)$$

$$|A_{ср1} - A_{ср2}| \le CD_{0,95}, \quad (11)$$

где $c_{ср1}$, $c_{ср2}$ — средние значения массовой концентрации золы в продукте, полученные в первой и второй лабораториях, г/дм^3;

$A_{ср1}$, $A_{ср2}$ — средние значения определений щелочности золы, полученные в первой и второй лабораториях, мг-экв NaOH/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации золы в продукте, г/дм^3 (для щелочности золы, мг-экв NaOH/дм^3), вычисляют по формулам:

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot c_{ср1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (12)$$

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot A_{ср1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (13)$$

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

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

$c_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов массовой концентрации золы, г/дм^3, полученных в первой и второй лабораториях;

σ_R — показатель воспроизводимости, % (при определении массовой концентрации золы — 2,5 %; при определении щелочности золы — 1,5 %).

σ_r — показатель повторяемости, % (при определении массовой концентрации золы — 1,5 %; при определении щелочности золы — 1 %).

$A_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения щелочности, мг-экв NaOH/дм^3, полученных в первой и второй лабораториях.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.4).

10 Контроль точности измерений при реализации метода в лаборатории

Контроль точности измерений в лаборатории при реализации метода осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по пункту 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением 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 превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят замену реактивов, проверяют работу оператора.

11 Требования безопасности

11.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

11.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

11.3 Запрещается включать в сеть и работать на муфельной печи без заземления. Недопустимо использование для заземления нулевой фазы электропитания.

11.4 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ Р 12.1.019.

11.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

11.6 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

11.7 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

УДК 663.5.001.4:006.354 ОКС 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: винодельческая продукция, массовая концентрация золы, щелочность золы, выполнение измерений, обработка результатов, контроль точности результатов, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.06.2011. Подписано в печать 07.07.2011. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,98. Тираж 301 экз. Зак. 621.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

Изменение № 1 ГОСТ Р 53954—2010 Продукция винодельческая. Идентификация. Метод определения массовой концентрации золы и щелочности золы

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.11.2012 № 1308-ст

Дата введения — 2013—07—01

Раздел 1 после слов «на винодельческую продукцию» дополнить словами: «,кроме винодельческой продукции с объемной долей этилового спирта не менее 35 %,».

Раздел 2 дополнить ссылкой:

«ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Раздел 8. Таблица 1. Графу «Диапазон измерений массовой концентрации золы» изложить в новой редакции:

Диапазон измерений
Массовая концентрация золы, мг/дм^3, от 1,00 до 3,50
Щелочность золы, мг-экв NaOH/дм^3, от 20,00 до 50,00

(ИУС № 2 2013 г.)

Изменение № 1 ГОСТ Р 53954—2010 Продукция винодельческая. Идентификация. Метод определения массовой концентрации золы и щелочности золы

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.11.2012 № 1308-ст

Дата введения — 2013—07—01

Раздел 1 после слов «на винодельческую продукцию» дополнить словами: «,кроме винодельческой продукции с объемной долей этилового спирта не менее 35 %,».

Раздел 2 дополнить ссылкой:

«ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Раздел 8. Таблица 1. Графу «Диапазон измерений массовой концентрации золы» изложить в новой редакции:

Диапазон измерений
Массовая концентрация золы, мг/дм^3, от 1,00 до 3,50
Щелочность золы, мг-экв NaOH/дм^3, от 20,00 до 50,00

(ИУС № 2 2013 г.)

ОКС 67.160.10

Поправка к ГОСТ Р 53954—2010 Продукция винодельческая. Идентификация. Метод определения массовой концентрации золы и щелочности золы (см. Изменение № 1, ИУС № 2—2013)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.2. Таблица 1. Графа «Диапазон измерений массовой концентрации золы, г/дм^3». Первая строка	Массовая концентрация золы, мг/дм^3, от 1,00 до 3,50	Массовая концентрация золы, г/дм^3, от 1,00 до 3,50

(ИУС № 9 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru