ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54740— 2011

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Метод определения сульфатов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 91 «Пивобезалкогольная и винодельческая продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 915-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы. 2
5 Отбор проб 3
6 Подготовка к выполнению измерений. 3
7 Метод определения массовой концентрации сульфатов 3
8 Обработка результатов измерений 5
9 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости 6
10 Контроль точности измерений при реализации метода в лаборатории 6
11 Требования безопасности 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Метод определения сульфатов

Wine production. The method of determining sulphates

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию и устанавливает метод определения массовой концентрации сульфатов в диапазоне измерений от 200 до 1500 мг/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4108 Реактивы. Бария хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51144 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 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

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

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированнаыя ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана сылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на количественном определении массы осадка сульфата бария, образованного взаимодействием ионов бария с сульфат-ионами в присутствии соляной кислоты.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г по ГОСТ Р 53228.

Пипетки с одной отметкой 1-1-1, 1-1-2; 2-1-10; 2-1-20, 2-1-100 по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 2-2-1-25 по ГОСТ 29227.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С, цена деления 0,1 °С.

Секундомер с диапазоном измерений от 1 с до 30 мин; погрешность измерений — не более ±0,05 с или часы песочные на 5 мин.

Колбы Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы 1-100-2 или 2-100-2, 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Переходы П1О-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-2-100 ХС по ГОСТ 25336.

Стеклянная или пластиковая палочка.

Муфельная печь, обеспечивающая температуру (525 ± 25) °С.

Центрифуга лабораторная с максимальной частотой вращения ротора 5000 об/мин и номинальным объемом пробирок для центрифугирования от 50 до 100 $см^3$.

Баня водяная.

Платиновый тигель вместимостью 50 $см^3$ или кварцевый тигель вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 19908.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная, ч. д. а. по ГОСТ 3118.

Бария хлорид 2-водный, ч. д. а. по ГОСТ 4108.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

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 выполнении измерений массовой концентрации сульфатов необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С . . . . . от 20 до 30;
- относительная влажность воздуха, %, не более 90;
- атмосферное давление, мм рт. ст. . . . . 630—800.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3, содержащую небольшое количество бидистиллированной воды, количественно переносят 214,5 см^3 соляной кислоты с ρ = 1,15 г/дм^3. После того как температура раствора в колбе станет комнатной, доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения — 6 мес.

6.2.2 Приготовление раствора хлорида бария массовой концентрацией 200 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 переносят 200 г бария хлорида 2-водного [($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)], добавляют 500—600 см^3 бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения. Затем доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Через сутки раствор фильтруют через плотный обеззоленный фильтр, трижды промытый горячей бидистиллированной водой.

Срок хранения — 6 мес.

7 Метод определения массовой концентрации сульфатов

7.1 Подготовка пробы

7.1.1 В продуктах, насыщенных двуокисью углерода, предварительно проводят удаление двуокиси углерода в соответствии с ГОСТ Р 51653—2000 (пункт 6.1).

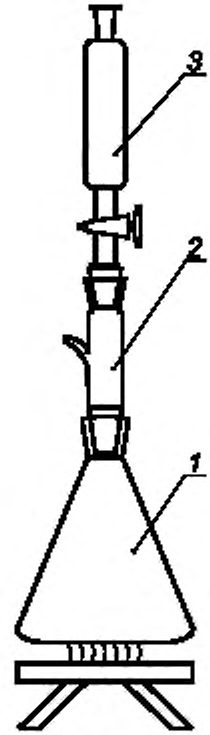
7.1.2 В образцах, содержащих более 300 мг/дм^3 диоксида серы, предварительно проводят удаление диоксида серы.

В коническую колбу с делениями вместимостью 500 см^3, снабженную делительной воронкой с краном и отводной трубкой (рисунок 1), последовательно вводят 25 см^3 бидистиллированной воды и 1 см^3 концентрированной соляной кислоты ρ_{20} = 1,15—1,18 г/см^3.

Полученный раствор нагревают и кипятят в течение 5 мин для удаления воздуха, затем, не прерывая кипячения, через делительную воронку вносят 100 см^3 исследуемого образца и продолжают кипячение до доведения объема жидкости в конической колбе до 75 см^3.

После охлаждения остаток количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой.

Полученный раствор используют в дальнейшем для определения массовой концентрации сульфатов.



1 — колба Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336; *2* — переход П1О-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336; *3* — воронка ВД-2-100 ХС по ГОСТ 25336

Рисунок 1 — Схема установки для десульфитации

7.2 Проведение испытаний

В пробирку для центрифугирования вместимостью 50 $см^3$ вводят 40 $см^3$ анализируемой пробы, добавляют 2 $см^3$ соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$ (см. 6.2.1) и 2 $см^3$ раствора $BaCl_2$ массовой концентрацией 200 г/$дм^3$ (см. 6.2.2), перемешивают палочкой; ополаскивают палочку небольшим количеством бидистиллированной воды. Выдерживают 5 мин.

Затем пробирки центрифугируют 5 мин при частоте вращения ротора 3000 об/мин и осторожно декантируют надосадочную жидкость. Полученный осадок сульфата бария промывают 10 $см^3$ соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$ (см. 6.2.1), взбалтыванием переводят осадок в суспензию, которую еще раз центрифугируют 5 мин при частоте вращения ротора 3000 об/мин.

После центрифугирования осторожно отделяют надосадочную жидкость. Затем осадок в пробирке для центрифугирования промывают 15 $см^3$ бидистиллированной воды с последующим центрифугированием в течение 5 мин при частоте вращения ротора 3000 об/мин.

Осадок промывают дважды, используя каждый раз 15 $см^3$ бидистиллированной воды, при тех же условиях центрифугирования.

Промытый осадок с помощью бидистиллированной воды количественно переносят в тигель, предварительно прокаленный при температуре 525 °С в течение 10 мин и взвешенный.

Тигель с осадком помещают на кипящую водяную баню до полного выпаривания влаги.

После того как из осадка перестанет выделяться пар, тигель несколько раз быстро вносят в верхнюю часть пламени горелки до получения белого осадка.

Далее тигель с содержимым охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе, заполненном хлористым безводным кальцием, и взвешивают.

Проводят два единичных определения в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14).

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую концентрацию сульфатов C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = (m_1 - m_0) \cdot 18{,}67, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с осадком, мг;

m_0 — масса пустого тигля, мг;

18,67 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ на K_2SO_4, дм$^{-3}$.

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

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

где C_1, C_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации сульфатов, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости, % (таблица 1).

8.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot | C_{макс} - C_{мин} | \cdot 100}{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4)} \le CR_{0,95}, \quad (3)$$

где $C_{макс}$, $C_{мин}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации сульфатов, мг/дм^3;

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

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r. \quad (4)$$

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3{,}6 \cdot \sigma_r,$$

где σ_r — показатель повторяемости, % (таблица 1).

Таблица 1 — Основные метрологические характеристики метода определения массовой концентрации сульфатов

Диапазон измерений массовой концентрации сульфатов, мг/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, % при $P = 0{,}95$, $n = 2$
От 200 до 500 включ.	6	1,8	3,0	5,0
Св. 500 до 1500 включ.	3	1,0	1,5	2,8

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

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

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

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 8.2, 8.3, мг/дм^3;

$\pm \delta$ — границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

В случае если содержание массовой концентрации сульфатов ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, проводят следующую запись в журнале: «массовая концентрация сульфатов менее ____ мг/дм^3 (более ____ мг/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.

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

$$|C_{ср1} - C_{ср2}| \le CD_{0,95}. \quad (5)$$

где $C_{ср1}$, $C_{ср2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации сульфатов в винах и виноградных суслах, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации сульфатов в винах и виноградных суслах, мг/дм^3, вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \cdot 0{,}01 \cdot C_{ср1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}. \quad (6)$$

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

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

$C_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов массовой концентрации сульфатов, мг/дм^3, полученных в первой и второй лабораториях;

σ_R — показатель воспроизводимости (таблица 1), %;

σ_r — показатель повторяемости (таблица 1), %.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых 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—2002 (пункт 5.3.3).

При возникновении разногласий руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункты 5.3.3, 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 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 6.2.3). 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 проточно-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 ГОСТ 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.

11.8 При работе с газовой горелкой необходимо соблюдать следующие меры предосторожности:

- не нагревать выше 40 °С;
- не разбирать, не подвергать ударам и деформации, не прокалывать и не сжигать даже после использования.

УДК 663.5.001.4:006.354 ОКС 67.160.10

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

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 06.11.2019. Подписано в печать 18.11.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40 Уч.-изд. л. 0,85.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru