МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33815— 2016

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения массовой концентрации общего и приведенного экстракта

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности» (ФГБНУ ВНИИПБиВП)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июля 2016 г. № 89-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 сентября 2016 г. № 1045-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33815—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

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

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации 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 Условия проведения определений 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка к проведению определений 3
8 Проведение определений 3
9 Обработка результатов 3
10 Проверка приемлемости результатов определений массовой концентрации общего экстракта, полученных в условиях воспроизводимости 5
11 Контроль точности результатов определений массовой концентрации общего экстракта при реализации метода в лаборатории 5
12 Требования безопасности 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения массовой концентрации общего и приведенного экстракта

Wine products and raw materials for it's production. Method for determination of mass concentration of total and the reduced extract

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию и сырье для ее производства с объемной долей этилового спирта не менее 35,0 % (далее — продукт) и устанавливает гравиметрический метод определения массовой концентрации общего экстракта и расчетный метод определения массовой концентрации приведенного экстракта.

Диапазон определений массовой концентрации общего экстракта составляет от 0,1 до 25,0 г/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 12.2.007.0 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 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13192—73 Вина, виноматериалы и коньяки. Методы определения сахаров

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 31730 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* 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 и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на высушивании при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы остатка, полученного в результате выпаривания определенного объема продукта в выпарительной чашке, доведенной до постоянной массы. Массу пустой чашки и массу чашки с сухим остатком определяют взвешиванием. По разности массы чашек вычисляют массовую концентрацию общего экстракта.

Массовую концентрацию приведенного экстракта вычисляют по разности значений массовой концентрации общего экстракта и массовой концентрации сахаров, определенной по ГОСТ 13192.

4 Условия проведения определений

При проведении определений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление .....84,0—106,0 кПа;
- относительная влажность воздуха .....30 % —80 %;
- напряжение переменного тока ..... (220 ± 5) В;
- частота переменного тока ..... (50 ± 1) Гц.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой 210 г, ценой деления 0,0001 г, пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Пипетки с одной меткой 2—2—50, 2—2—100 по ГОСТ 29169.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 100 °С до 200 °С и ценой деления 1 °С.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Эксикатор 2—230, 2—290 по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная фарфоровая № 3 по ГОСТ 9147.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру (105 ± 2) °С.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Щипцы с резиновыми наконечниками.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 31730.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

7 Подготовка к проведению определений

7.1 Подготовка вспомогательного оборудования

Подготовку сушильного шкафа и водяной бани к определениям проводят в соответствии с руководством по их эксплуатации.

Перед включением в сеть в баню наливают дистиллированную воду на 2—3 см^3 ниже верхнего края. Воду в бане нагревают до кипения и поддерживают кипение в течение всего времени использования.

7.2 Подготовка выпарительной чашки

Выпарительную чашку помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре (105 ± 2) °С не менее одного часа, затем чашку для охлаждения помещают в эксикатор, заполненный кальцинированным (безводным) хлористым кальцием по ГОСТ 450, не менее чем на 30 мин. Затем взвешивают чашку, результат взвешивания регистрируют до четвертого десятичного знака.

Высушивание, охлаждение и взвешивание чашки повторяют до тех пор, пока разность между повторными определениями массы пустой чашки составит не более 0,0050 г.

За окончательный результат определения массы пустой чашки m_1 принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака.

8 Проведение определений

8.1 Гравиметрический метод определения массовой концентрации общего экстракта

В выпарительную чашку, подготовленную по 7.2, пипеткой вносят 50 или 100 см^3 продукта и выпаривают его на водяной бане, после чего высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С не менее одного часа. Затем чашку с сухим остатком для охлаждения помещают в эксикатор, заполненный кальцинированным (безводным) хлористым кальцием по ГОСТ 450 не менее чем на 30 мин, после чего взвешивают чашку.

Результат взвешивания регистрируют до четвертого десятичного знака.

Высушивание остатка, охлаждение и взвешивание чашки с сухим остатком повторяют до тех пор, пока разность между повторными определениями массы чашки с сухим остатком составит не более 0,0050 г.

За окончательный результат определения массы чашки с сухим остатком m принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую концентрацию общего экстракта C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1)1000}{V}, \quad (1)$$

где m — масса чашки с сухим остатком, г;

m_1 — масса пустой чашки, г;

1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3;

V — объем продукта, взятого на определение, см^3.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

9.2 За результат определения принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, 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 параллельных определений массовой концентрации общего экстракта, г/дм^3;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

Таблица 1

Диапазон определений массовой концентрации общего экстракта, 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 0,1 до 25,0 включ.	7	1,5	3	4

9.3 Если условие (2) не выполняется, проводят еще два параллельных определения в соответствии с требованиями настоящего метода. За результат определения принимают среднеарифметическое значение четырех результатов параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости

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

где C_{max}, C_{min} — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации общего экстракта, г/дм^3;

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

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

для $n = 4$

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

где σ_r — значение показателя повторяемости (см. таблицу 1), %.

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения значения критического диапазона, устраняют их и повторяют определения в соответствии с требованиями настоящего метода.

9.4 Результат определения представляют в виде

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

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение n результатов параллельных определений массовой концентрации общего экстракта, признанных приемлемыми по 9.2 или 9.3, г/дм^3;

$\pm\delta$ — значение показателя точности (границы относительной погрешности определений) (см. таблицу 1), %.

Если массовая концентрация общего экстракта выходит за пределы диапазона определений, приводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация общего экстракта менее 0,1 г/дм^3 (более 25,0 г/дм^3)».

9.5 Расчетный метод определения массовой концентрации приведенного экстракта

9.5.1 Массовую концентрацию приведенного экстракта вычисляют по разности значений массовой концентрации общего экстракта, определенной по 8.1, и массовой концентрации сахаров, определенной по ГОСТ 13192.

9.5.2 Массовую концентрацию приведенного экстракта A, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$A = C - B, \quad (5)$$

где C — среднеарифметическое значение n результатов параллельных определений массовой концентрации общего экстракта, признанных приемлемыми по 9.2 или 9.3, г/дм^3;

B — среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений массовой концентрации сахаров, признанных приемлемыми по ГОСТ 13192—73 (пункты 1.5.3 или 2.5.2), г/дм^3.

9.5.3 Массовую концентрацию приведенного экстракта A, г/дм^3, в продукте, в купаже которого используют сахарный сироп без проведения инверсии или с неполным проведением инверсии, вычисляют по формуле

$$A = C - B_{б/инв} - (B_{инв} - B_{б/инв})0{,}95, \quad (6)$$

где C — среднеарифметическое значение n результатов параллельных определений массовой концентрации общего экстракта, признанных приемлемыми по 9.2 или 9.3, г/дм^3;

$B_{б/инв}$ — среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений массовой концентрации сахаров, проведенных без предварительной инверсии, признанных приемлемыми по ГОСТ 13192—73 (пункты 1.5.3 или 2.5.2), г/дм^3;

$B_{инв}$ — среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений массовой концентрации сахаров, проведенных с предварительной инверсией по ГОСТ 13192—73 (пункт 1.3.4), признанных приемлемыми по ГОСТ 13192—73 (пункты 1.5.3 или 2.5.2), г/дм^3;

0,95 — коэффициент пересчета инвертированного сахара на сахарозу.

10 Проверка приемлемости результатов определений массовой концентрации общего экстракта, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- проверке совместимости результатов определений, полученных при сравнительных испытаниях.

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

$$\left|C_{ср1} - C_{ср2}\right| \le CD_{0,95}, \quad (7)$$

где $C_{ср1}$, $C_{ср2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации общего экстракта, полученные в первой и второй лабораториях, г/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации общего экстракта, г/дм^3, вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \cdot 0{,}01 C_{ср1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (8)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для параллельных определений в двух лабораториях;

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

$C_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации общего экстракта, полученное в первой и второй лабораториях, г/дм^3;

σ_R — значение показателя воспроизводимости (см. таблицу 1), %;

σ_r — значение показателя повторяемости (см. таблицу 1), %;

n — количество выполненных определений, $n = 2$.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата определений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3).

11 Контроль точности результатов определений массовой концентрации общего экстракта при реализации метода в лаборатории

Контроль точности результатов определений при реализации метода в лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

Проверку стабильности результатов определений осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполненных определений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

12 Требования безопасности

12.1 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

12.2 При выполнении определений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

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

12.4 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

12.5 Помещение, в котором проводят определения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

УДК 663.5.001.4:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: продукция винодельческая и сырье для ее производства, массовая концентрация общего экстракта, массовая концентрация приведенного экстракта, гравиметрический метод, расчетный метод

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 14.11.2019 Подписано в печать 02.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.
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.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru