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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34774—
2021**

ВОДА ПИТЬЕВАЯ. ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

Определение pH потенциометрическим методом

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

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 Закрытым акционерным обществом «РОСА» (ЗАО «РОСА»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2021 г. № 143-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 октября 2021 г. № 1056-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34774—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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 Отбор и хранение проб 2
4 Условия проведения измерений 2
5 Сущность метода 2
6 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы 2
7 Подготовка к проведению измерений 3
8 Установление градуировочной характеристики 4
9 Проведение измерений 4
10 Метрологические характеристики 5
11 Оформление результатов измерений 5
12 Контроль качества результатов измерений 6
Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ. ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

Определение pH потенциометрическим методом

Drinkingwater. Prepared conditioned water for alcoholic beverages. Determination of pH by potentiometry

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и воду, подготовленную (исправленную) для изготовления алкогольной продукции и других напитков, и устанавливает потенциометрический метод определения величины водородного показателя pH в диапазоне измерений от 1,0 до 14,0 единиц pH.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4919.2 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862[1)] Вода питьевая. Отбор проб

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 56237—2014 «Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

Издание официальное

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 документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор и хранение проб

3.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862 в стеклянные или пластиковые флаконы, заполняя их доверху, не оставляя пузырьков воздуха (особенно важно при отборе воды из-под крана, т. к. CO_2 из воздуха образовывает в воде угольную кислоту, что может привести к уменьшению значения pH). Рекомендуемый объем отбираемой пробы — не менее 100 $см^3$.

3.2 Определение pH следует проводить как можно скорее после отбора пробы. Допускается хранить пробы в течение 24 ч с момента отбора без принудительного охлаждения.

4 Условия проведения измерений

4.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 15 °С до 28 °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 %.

4.3 Растворы следует хранить при комнатной температуре, если условия хранения не оговорены отдельно.

4.4 К проведению измерений допускаются лица, владеющие техникой работы на приборах и изучившие инструкции по эксплуатации используемого оборудования.

5 Сущность метода

Потенциометрический метод определения pH основан на измерении разности потенциалов между измерительным электродом и электродом сравнения, погруженными в анализируемый раствор.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

pH-метр или иономер любого типа в комплекте со стеклянным электродом и электродом сравнения или комбинированным электродом с пределом допускаемых значений погрешности измерений не более ±0,2 ед. pH.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого или специального класса точности с ценой деления (дискретностью отсчета) 0,1 мг.

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

Колбы мерные 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-250-2 или другого исполнения по ГОСТ 1770.

Колба мерная коническая исполнения 1 с притертой стеклянной пробкой по ГОСТ 25336 вместимостью 2000 $см^3$.

Стаканы термостойкие вместимостью 50 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 и СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Посуда стеклянная и пластиковая для хранения проб воды и растворов реактивов вместимостью от 100 до 1000 $см^3$.

Пипетки градуированные 1-1-2-5; 1-1-2-10 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

Секундомер или таймер любого типа (при отсутствии функции регистрации времени на приборе).

Промывалка пластиковая.

Мешалка магнитная любого типа и палочка для извлечения магнитных элементов.

Стеклянная палочка.

Стандарт-титры утвержденных типов для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH.

Плитка электрическая любого типа с закрытой спиралью и регулятором температуры.

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение растворов при температуре от 2 °С до 10 °С.

Шпатель.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч. д. а.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Стаканы пластиковые или стеклянные вместимостью 50 $см^3$ для измерения pH стандартов и проб.

Спирт этиловый ректификованный первый сорт по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы, в том числе импортные, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка оборудования

Подготовку pH-метра (иономера) и электродов к работе осуществляют в соответствии с руководствами (инструкциями) по эксплуатации прибора и паспортами на электроды.

До и после градуировки или проверки pH-метра (иономера) электроды промывают дистиллированной водой, удаляют избыток влаги фильтровальной бумагой.

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Приготовление дистиллированной воды, свободной от CO_2

Дистиллированную воду наливают в коническую колбу и кипятят в течение 30 мин. Быстро охлаждают и плотно закрывают колбу. Подготовленную воду используют для приготовления буферных растворов в день ее приготовления.

7.2.2 Приготовление насыщенного раствора хлорида калия

(35 ± 0,5) г хлористого калия помещают в коническую колбу с притертой пробкой и добавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды, выдерживают раствор не менее 30 мин.

Срок хранения в закрытой стеклянной емкости не ограничен.

7.2.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

9 $см^3$ концентрированной соляной кислоты медленно вливают в колбу вместимостью 1000 $см^3$, заполненную на 3/4 дистиллированной водой, термостатируют при 20 °С и медленно доводят объем раствора до метки дистиллированной водой (при температуре 20 °С), тщательно перемешивают. Возможно использование стандарт-титров соляной кислоты в соответствии с инструкцией изготовителя.

Срок хранения — не более 6 мес.

7.2.4 Приготовление буферных растворов

Буферные растворы, используемые для установления градуировочной характеристики и проверки ее стабильности, готовят из стандарт-титров в соответствии с инструкциями изготовителя.

Буферные растворы хранят в плотно закрытой стеклянной или пластиковой посуде в соответствии с инструкциями изготовителя стандарт-титров.

Использованный буферный раствор не допускается сливать обратно во флакон с буферным раствором.

Примечания

1 При отсутствии стандарт-титров допускается приготовление буферных растворов по ГОСТ 4919.2.

2 Допускается использовать готовые буферные растворы с погрешностью не более 0,03 ед. pH.

3 Допускается готовить растворы (7.2.2; 7.2.3; 7.2.4) других номинальных объемов при условии соблюдения соотношений между объемами растворов и аликвот или массами навесок реагентов, регламентированных в настоящем стандарте.

8 Установление градуировочной характеристики

8.1 Градуировочную характеристику прибора устанавливают с помощью буферных растворов (7.2.4) согласно руководству по эксплуатации прибора.

8.2 Градуировочная характеристика признается удовлетворительной при выполнении требований, установленных в документах на прибор и/или в паспорте на стеклянный электрод.

Примечание — При температуре 25 °С теоретическое значение крутизны градуировочной характеристики (угловой коэффициент) составляет минус 59,16 мВ/pH; при температуре 20 °С — минус 58,16 мВ/pH.

Если значение углового коэффициента падает ниже 50 мВ/pH, проводят дополнительную очистку электрода или заменяют его. В отдельных случаях электрод очищают фильтровальной бумагой, смоченной этиловым спиртом, затем ополаскивают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

Допускается устанавливать градуировочную характеристику по всем модификациям (типам) буферных растворов по ГОСТ 8.135.

8.3 Ежедневно перед выполнением серии измерений проводят контроль стабильности градуировочной характеристики по двум буферным растворам и один раз в неделю — не менее чем по трем буферным растворам. При этом измерение pH каждого буферного раствора повторяют не менее двух раз, каждый раз вынимая электроды из буферного раствора и вновь погружая их в раствор. Результаты не должны отличаться более чем на 0,05 ед. pH.

Допускаемые отклонения от номинального значения pH буферного раствора составляют ±0,05 ед. pH. Если условие не выполняется для одного градуировочного раствора, то повторяют контроль с использованием не менее двух других буферных растворов, предусмотренных методикой.

8.4 Градуировочную характеристику устанавливают заново.

- при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики,
- при замене или очистке электродов;
- после ремонта прибора или длительного перерыва в работе.

8.5 В нерабочее время электроды хранят согласно условиям хранения, прописанным в инструкции по эксплуатации.

9 Проведение измерений

Измерения pH пробы проводят согласно инструкции к прибору в тех же условиях, при которых установлена градуировочная характеристика.

Электроды тщательно ополаскивают дистиллированной водой, остатки воды удаляют, промокая их фильтровальной бумагой, и опускают в анализируемую пробу, помещенную в стаканчик для измерения. Отсчет величины pH проводят по шкале прибора. Время установления стабильного значения определяется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Измерение pH повторяют не менее двух раз, каждый раз вынимая электроды из анализируемой пробы и вновь погружая их в раствор. Результаты не должны отличаться более чем на 0,2 ед. pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое $X_{ср}$, ед. pH, которое рассчитывают по формуле

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (1)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, ед. pH.

Если pH-метр (иономер) не снабжен термокомпенсатором, одновременно следует измерить температуру пробы воды. При выполнении измерений при температуре, отличающейся от 25 °С более чем на ±5 °С, следует проводить ручную компенсацию температуры в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

После измерений электроды ополаскивают дистиллированной водой.

При необходимости электрод регенерируют погружением на 2 ч в раствор соляной кислоты (7.2.3) и далее тщательно промывают дистиллированной водой или в соответствии с инструкцией (паспортом) к электроду.

10 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблицах 1 и 2 при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1 — Метрологические характеристики результатов измерений

Диапазон измерений, ед. pH	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, ед. pH	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, ед. pH	Показатель точности (границы погрешности*), ± Δ, ед. pH
От 1,0 до 14,0 включ.	0,07	0,10	0,20
* Установленное значение границ погрешности численно соответствует значению расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k = 2$.			

Таблица 2 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, ед. pH	Предел повторяемости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r, ед. pH	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, ед. pH
От 1,0 до 14,0 включ.	0,20	0,30

11 Оформление результатов измерений

Результаты измерений в протоколах испытаний, как правило, представляют в виде

$$X \pm \Delta \text{ или } X \pm U, \quad (2)$$

где X — результат единичного измерения pH, ед. pH,

Δ — показатель точности ($P = 0,95$), ед. pH (см. таблицу 1);

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$, ед. pH.

При выполнении параллельных измерений проводят проверку приемлемости результатов измерений. Результаты измерений X_1 и X_2, полученные в условиях повторяемости, признают приемлемыми, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, ед. pH;

r — предел повторяемости, равный 0,20 ед. pH (см. таблицу 2).

Если условие (3) выполняется, то по значениям X_1 и X_2 рассчитывают среднее арифметическое значение, которое представляют в качестве результата измерений.

При невыполнении условия (3) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты измерений в двух разных лабораториях, ед. pH;

R — предел воспроизводимости, равный 0,30 ед. pH (см. таблицу 2).

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение.

Если условие (4) не выполняется, используют методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата измерений.

12 Контроль качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований [1].

Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 663.6:543.316/.318 ОКС 67.160.01

Ключевые слова: вода питьевая, вода подготовленная, водородный показатель, pH, потенциометрический метод

Редактор *З.Н. Киселева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 06.10.2021. Подписано в печать 26.10.2021. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
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