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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34868— 2022

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение состава растворенного диоксида углерода методом масс-спектрометрии изотопных отношений IRMS/SIRA

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2022 г. № 61)

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2022 г. № 700-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34868—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01.01.2023 г.

5 В настоящем стандарте учтены положения метода определения изотопного состава диоксида углерода в игристых винах Международной межправительственной организации по виноградарству и виноделию (OIV) — метода OIV-MA-AS314-03:R2015 «Масс-спектрометрический метод определения отношений изотопов углерода $^{13}C/^{12}C$ в углекислом газе CO_2, растворенном в игристых винах», опубликованного в 2021 г. в сборнике методов OIV анализа вина и спиртных напитков виноградного происхождения (дополнительная информация — gost.e-ecolog.ru
methods-of-analysis)

6 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», 2022



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 Термины, определения, обозначения и сокращения 2
4 Сущность метода 2
5 Отбор проб 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
7 Подготовка к проведению определений 4
8 Проведение определений 5
9 Обработка результатов определений 5
10 Метрологические характеристики метода 5
11 Требования безопасности 6
12 Условия проведения определений 7
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного эксперимента по оценке метрологических характеристик масс-спектрометрического метода определения состава растворенного диоксида углерода в винодельческой продукции 8
Библиография 10

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение состава растворенного диоксида углерода методом масс-спектрометрии изотопных отношений IRMS/SIRA

Wine products. Determination of composition of the dissolved carbon dioxide using isotope ratio mass spectrometry method IRMS/SIRA

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию из винограда сортов *Vitis vinifera* L. и сортов винограда, полученных скрещиванием сортов *Vitis vinifera* L. с сортами винограда других видов рода *Vitis,* — игристые вина и другие напитки виноградного происхождения, насыщенные диоксидом углерода согласно [1]—[3], и устанавливает метод масс-спектрометрии изотопных отношений IRMS/SIRA для определения состава растворенного диоксида углерода в диапазоне измерений величины $\delta^{13}C_{VPDB}$ от минус 50,00 до минус 7,00 промилле в зависимости от источника происхождения углекислого газа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

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

ГОСТ 31730 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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 по указателям 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

Издание официальное

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 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **состав диоксида углерода $\delta^{13}C_{VPDB}$:** Изотопный состав углерода, характеризующий содержание изотопа углерода атомной массой 13 ^{13}C относительно международного стандартного образца VPDB, выраженный в промилле.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения:

‰ — промилле, одна тысячная доля числа, 1/10 %;

IRMS/SIRA — масс-спектрометрия соотношений стабильных изотопов [Isotope Ratio Mass Spectrometry (Stable Isotope Ratio Analysis)];

VPDB — международный стандартный образец (МСО) изотопного состава углерода (Vienna Pee Dee Belemnite);

МАГАТЭ — Международное агентство по атомной энергии (International Atomic Energy Agency).

4 Сущность метода

Метод масс-спектрометрии изотопных отношений IRMS/SIRA для определения состава диоксида углерода, характеризуемого величиной $\delta^{13}C_{VPDB}$, основан на одновременном измерении изотопомеров растворенного диоксида углерода с массами 44 ($^{12}C^{16}O_2$), 45 ($^{13}C^{16}O_2$, $^{12}C^{17}O^{16}O$) и 46 ($^{12}C^{16}O^{18}O$), который выделен из жидкой пробы и находится в газовой фазе в качественном равновесии с углекислым газом, находящимся в растворенном состоянии в пробе винодельческой продукции.

Выделение растворенного диоксида углерода и его переход из жидкой пробы в газовую фазу осуществляют в ходе контролируемого термодинамического процесса, протекающего в определенных условиях до наступления равновесного состояния между жидкой и газовой фазами. После наступления равновесного состояния выделенный диоксид углерода подвергают хроматографической очистке, отделяют воду, затем определяют состав измерением отношений стабильных изотопов углерода $^{13}C/^{12}C$.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 31730.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

6.1 Реактивы, стандартные вещества и растворы

Если нет особых указаний, применяют химические реактивы категории ч. д. а.

6.1.1 Диоксид углерода газообразный с объемной долей основного вещества не менее 99,995 % в газовом баллоне, снабженном соответствующим редуктором давления.

Примечание — Газообразный диоксид углерода используют в качестве рабочего стандартного образца (см. 6.1.2).

6.1.2 Рабочее стандартное вещество (РСВ) — газообразный диоксид углерода с известным значением величины $\delta^{13}C_{VPDB}$*, объемной долей основного вещества не менее 99,995 % в газовом

* В качестве РСВ может быть использован газообразный диоксид углерода категории IMEP-8-A, ISO-TOP или SAI-692C производства «Messer Griesheim» (ФРГ), «Oztech Trading Corporation» (США) или иного изготовителя при условии соответствия РСВ требованиям 6.1.2. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

баллоне, снабженном редуктором давления, качество которого подтверждено сертификатом соответствия или паспортом качества.

6.1.3 Вторичное стандартное вещество (ВСВ) категории NBS-18 «Кальцит» со значением величины $\delta^{13}C_{VPDB}$, равным минус 5,1 ‰*.

6.1.4 Газообразный гелий с объемной долей основного вещества не менее 99,999 % в газовом баллоне с редуктором давления, качество которого подтверждено сертификатом соответствия или паспортом качества.

6.2 Средства измерений и вспомогательное оборудование

6.2.1 Градуированные пипетки 1-2-2-25 по ГОСТ 29227 или пипеточные дозаторы аналогичной или переменной вместимостью с относительной погрешностью дозирования ±1 % или импортные с аналогичными характеристиками.

6.2.2 Калиброванные автоматические дозаторы или стеклянные калиброванные пипетки с подходящим интервалом дозирования и известной точностью дозирования.

6.2.3 Микродозатор (микрошприц Гамильтона) вместимостью до 10 мм^3 и известной точностью дозирования.

6.2.4 Пробирки из боросиликатного стекла вместимостью 10—12 см^3 с винтовой укупоркой.

6.2.5 Пробки из полимерного материала для укупорки пробирок вместимостью 10—12 см^3 с вкладышем (тефлон-силиконовой мембраной) и отверстием для осуществления инъекций проб с помощью микродозатора и других дозирующих приборов с игольчатой системой инъекции.

6.2.6 Термостатируемый штатив для пробирок вместимостью 10—12 см^3.

6.2.7 Регулятор для поддержания температурного режима в штативе с точностью регулирования температуры ±0,1 °С.

6.2.8 Интерфейсное устройство для выделения и очистки газовых фракций, а также для их дозирования в масс-спектрометр IRMS/SIRA для измерения изотопных отношений.

Интерфейсное устройство должно включать:

- газовый хроматограф для разделения газовых смесей в потоке гелия с хроматографической колонкой длиной 25 м и диаметром 0,32 мм**, в качестве детектора в котором используется изотопный масс-спектрометр (см. 6.2.9);
- модуль удаления из фракций диоксида углерода воды и других летучих соединений;
- модуль напуска фракций диоксида углерода в изотопный масс-спектрометр;
- автоматический манипулятор, снабженный двухигольчатым рабочим органом для подачи гелия, отвода смеси атмосферных газов и отбора фракций газовой фазы из пробирок, размещенных в штативе (см. 6.2.6);
- программно-аппаратный комплекс для подготовки, осуществления и контроля функциональных операций.

Интерфейсное устройство должно обеспечивать:

- автоматическое разбавление диоксида углерода, полученного в результате подготовки пробы (в случае необходимости);
- независимую подачу РСВ и диоксида углерода, полученного в результате подготовки пробы в масс-спектрометр IRMS/SIRA без изотопного фракционирования.

Дополнительно интерфейсное устройство должно обеспечивать прецизионность измерений РСО не хуже чем s_r = 0,06 ‰ для n = 10.

6.2.9 Масс-спектрометр IRMS/SIRA для измерения изотопных отношений.

Масс-спектрометр IRMS/SIRA должен включать:

- тройной универсальный коллектор, обеспечивающий одновременное измерение ионов изотопомеров диоксида углерода массами 44, 45 и 46;

---

* ВСВ применяют для проведения внутрилабораторного контроля в рутинном определении, а также при отсутствии ВСВ для калибровки газообразного диоксида углерода в случае его использования в качестве РСВ (см. 6.1.1). Могут быть использованы ВСВ, приобретенные в Международном агентстве по атомной энергии, например IAEA-CH-6, NBS-22. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

** Для хроматографического разделения газовых смесей может быть использована колонка типа PLOT Fused Silica с неподвижной фазой марки CP-PoraPLOT Q (Agilent/Varian, США) или аналогичная. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

- систему двойного напуска, обеспечивающую попеременное измерение анализируемой пробы и стандарта или специализированные системы подготовки*, работающие в потоке газа — носителя гелия, например газовый или жидкостной хроматограф, прочие универсальные и адаптированные системы, позволяющие проводить хроматографическое разделение газовых смесей и ввод диоксида углерода в масс-спектрометр IRMS/SIRA через интерфейсные устройства, обеспечивающие независимую подачу пробы и стандарта в масс-спектрометр через систему игольчатого натекателя, что позволяет избежать изотопного фракционирования [при применении системы измерений в (при) постоянном потоке рекомендуется использовать в определении ВСВ по 6.1.3];

- программно-аппаратный комплекс для подготовки, осуществления, регистрации и расчета функциональных операций по измерению изотопных отношений.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими точность измерения согласно настоящему стандарту, а также материалов и реактивов по качеству не хуже указанных в настоящем стандарте.

7 Подготовка к проведению определений

7.1 Отобранные согласно 5.1 пробы в потребительской упаковке выдерживают перед определением в течение 24 ч при температуре от 1 °С до 2 °С.

7.2 Осторожно, избегая интенсивного пенообразования, вскрывают укупорку потребительской упаковки с охлажденными по 7.1 пробами винодельческой продукции. Сразу после вскрытия укупорки с помощью градуированной пипетки или автоматического дозатора отбирают от 50 до 400 мм^3 анализируемой пробы и дозируют на дно пробирки из боросиликатного стекла вместимостью 10—12 см^3. Пробирку герметично укупоривают пробкой с мембраной-вкладышем. Укупоренную пробирку размещают в штативе (см. 6.2.6), который предварительно прогревают до температуры (27,0 ± 0,1) °С. Данный температурный режим штатива, в котором размещены пробирки с анализируемыми пробами, поддерживают на протяжении всего определения. Для каждой анализируемой пробы винодельческой продукции проводят два параллельных определения.

7.3 Замену атмосферного воздуха, который находится внутри герметично укупоренных пробирок, гелием (см. 6.1.4) осуществляют непосредственно после их размещения в штативе с помощью интерфейсного устройства (см. 6.2.8) или ручным способом. Для обеспечения правильности результатов определения рекомендуется использовать интерфейсное устройство. В этом случае операцию по замене гелием (см. 6.1.4) атмосферных газов в пробирках проводят с помощью программно-аппаратного комплекса согласно рекомендациям изготовителя интерфейсного устройства.

При ручном способе мембрану пробирки прокалывают пустой медицинской иглой, оставляя ее в мембране. Через вторую иглу, соединенную через гибкий капилляр с редуктором газового баллона, в пробирку через мембрану начинают подачу гелия (см. 6.1.4). Скорость подачи гелия с помощью редуктора устанавливают на уровне 120—130 см^3/мин. Поток газов контролируют на выходе из первой иглы. Продувку пробирки гелием осуществляют в течение 10 мин. После окончания продувки иглы удаляют из мембраны.

Описанным способом замену атмосферного воздуха гелием (см. 6.1.4) проводят во всех пробирках, размещенных в штативе.

Примечание — Допускается проводить операции по замене атмосферного воздуха в пробирках по 7.2 и 7.3 с помощью специализированного автоматизированного комплекса для подготовки проб для масс-спектрометрических измерений изотопных отношений.

* Допускается использование специальных автоматизированных комплексов, предназначенных для подготовки проб, хроматографической очистки газов, ввода газовых проб в масс-спектрометр IRMS/SIRA и измерения изотопных отношений. Автоматизированные комплексы должны обеспечивать соблюдение условий определения и воспроизведения результатов, установленных настоящим стандартом. В составе автоматизированного комплекса могут быть использованы соответствующие устройства модельного ряда компаний Thermo Fisher Scientific, Elementar, Eurovector, NU Instruments Ltd. — Ametek или другие, предназначенные для исследования стабильных изотопов легких элементов (например, кислорода, углерода) в жидких пробах методом изотопного уравновешивания или равновесных фаз. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

7.4 После завершения замены атмосферного воздуха гелием по 7.3 пробирки выдерживают в штативе в течение 60 мин для обеспечения выделения диоксида углерода из жидкой фазы и его концентрирования в газовой фазе (достижения равновесного состояния).

8 Проведение определений

8.1 После выдержки пробирок с пробами согласно 7.4 с помощью интерфейсного устройства (см. 6.2.8) поочередно из каждой пробирки отбирают пробы газовой фазы, которые направляют для удаления воды, хроматографической очистки от сопутствующих летучих соединений и получения фракций диоксида углерода, выделенных из анализируемых проб винодельческой продукции и концентрированных в газовой фазе на этапе их подготовки в соответствии с разделом 7. Температуру штатива до полного завершения всех операций с пробами в пробирках поддерживают на уровне (27 ± 0,1) °С.

8.2 Для хроматографической очистки и получения фракций диоксида углерода, осуществляемой в автоматическом режиме согласно настройкам интерфейсного устройства и программного сопровождения операции, применяют следующие условия: скорость потока гелия 2 $см^3$/мин, температура хроматографической колонки 70 °С.

Полученные фракции очищенного диоксида углерода дозированно подают в масс-спектрометр IRMS/SIRA (см. 6.2.9) для измерения изотопных отношений.

8.3 Определение состава газообразного диоксида углерода проводят на масс-спектрометре IRMS/SIRA согласно рекомендациям по настройке прибора и программным условиям сопровождения измерения. Полученные данные регистрируют и представляют в виде величины изотопного состава $\delta^{13}C_{VPDB}$ в промилле.

9 Обработка результатов определений

Величину $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰), характеризующую состав диоксида углерода, растворенного в винодельческой продукции, рассчитывают с помощью программы регистрации и обработки данных изотопного определения по формуле

$$\delta^{13}C_{VPDB} = \frac{(^{13}C/^{12}C)_{\text{проба}} - (^{13}C/^{12}C)_{VPDB}}{(^{13}C/^{12}C)_{VPDB}} 1000, \quad (1)$$

где $(^{13}C/^{12}C)_{\text{проба}}$ — отношение изотопов углерода в анализируемой пробе винодельческой продукции;

$(^{13}C/^{12}C)_{VPDB}$ — отношение изотопов углерода в МСВ, количественное значение равно 0,0112372;

1000 — поправочный коэффициент.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений (см. 7.2). Окончательный результат представляют со степенью округления до двух знаков после запятой.

10 Метрологические характеристики метода

Основные метрологические характеристики масс-спектрометрического метода определения изотопного состава в растворенном диоксиде углерода анализируемой пробы винодельческой продукции приведены в 10.1—10.3 и в приложении А.

10.1 Предел повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между двумя отдельными результатами, полученными одним сотрудником по одной и той же пробе и на одном и том же оборудовании за наименьший отрезок времени, не должно превышать предел повторяемости (сходимости) r более чем в 5 % случаев. Установленные значения предела повторяемости (сходимости) метода составляют r = 0,56 ‰, стандартное отклонение повторяемости (сходимости) — S_r = 0,21 ‰.

10.2 Предел воспроизводимости

Абсолютное расхождение между двумя отдельными результатами, полученными в двух разных лабораториях по одной и той же пробе, не должно превышать предел воспроизводимости R более чем в 5 % случаев. Установленные значения предела воспроизводимости метода составляют R = 1,91 ‰, стандартное отклонение воспроизводимости — S_R = 0,68 ‰.

10.3 Прецизионность метода

Под прецизионностью метода понимают характеристику измерения, отражающую степень близости его результатов к истинному значению измеряемой величины.

Количественной мерой прецизионности служит величина стандартного отклонения повторяемости (сходимости) для n = 10, где n — число измерений одной пробы РСВ по 6.1.2.

Стандартное отклонение рассчитывают по формуле

$$s_r = \sqrt{\frac{1}{n-1}\left[((y_1 - \overline{y}_n))^2 + ((y_2 - \overline{y}_n))^2 + \ldots + ((y_n - \overline{y}_n))^2\right]}, \quad (2)$$

где y_1, y_2, ... y_n — результаты измерений,

n — число измерений,

$\overline{y}_n$ — среднее арифметическое результатов измерений, рассчитанное по формуле

$$\overline{y}_n = \frac{1}{n}(y_1 - y_2 + \ldots + y_n). \quad (3)$$

10.4 Контроль точности результатов определений при реализации метода в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.3) с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 (подраздел 4.2)* или нормативным документом, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

11 Требования безопасности

При работе с оборудованием (в том числе на масс-спектрометре IRMS/SIRA) необходимо соблюдать:

- правила эксплуатации устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением / при вакууме по [4];
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации приборов.

При работе с чистыми веществами необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны необходимо проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

К работе на масс-спектрометре IRMS/SIRA допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой масс-спектрометрического измерения и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

* В Российской Федерации — также в соответствии с ГОСТ Р 8.563—2009 (пункт 7.1.1).

12 Условия проведения определений

При подготовке и проведении определения должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды — от 10 °С до 25 °С включительно;
- относительная влажность воздуха — от 30 % до 80 % включительно;
- атмосферное давление — 84,0—106,0 кПа;
- напряжение переменного тока — (220 ± 5) В;
- частота переменного тока — (50 ± 1) Гц.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного эксперимента по оценке метрологических характеристик масс-спектрометрического метода определения состава растворенного диоксида углерода в винодельческой продукции*

А.1 Результаты, представленные в таблице А.1, получены в рамках межлабораторного эксперимента по оценке метрологических характеристик масс-спектрометрического метода определения изотопного состава растворенного диоксида углерода в винодельческой продукции, проведенного на трех «слепых двойных» пробах в 16 лабораториях.

Таблица А.1 — Статистические параметры определения изотопного состава углерода $\delta^{13}C_{VPDB}$ для оценки метрологических характеристик масс-спектрометрического метода по результатам межлабораторного эксперимента

Наименование параметра	Вино № 1	Вино № 2	Вино № 3
Количество участвовавших лабораторий	16	14	16
Количество параллельных измерений	2	2	2
Минимальное значение результата измерений	–32,90	–33,10	–23,64
Максимальное значение результата измерений	–29,83	–30,97	-20,57
Отклонение повторяемости S_{r2}	0,0467	0,0118	0,0648
Отклонение внутри группы S_{L2}	0,43853	0,29762	0,51616
Отклонение воспроизводимости S_{R2}	0,4852	0,3094	0,5810
Общее среднее значение результатов измерений	–31,42	–31,83	–22,15
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,22	0,11	0,25
Предел повторяемости r	0,612	0,307	0,720
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,70	0,56	0,76
Предел воспроизводимости R	1,971	1,574	2,157

Таблица А.2 — Сводка результатов определения изотопного состава углерода $\delta^{13}C_{VPDB}$ (‰), полученных в межлабораторном эксперименте по оценке метрологических характеристик масс-спектрометрического метода

Код лаборатории	A	B	A	B	A	B	Вино № 1	Вино № 2	Вино № 3
Лаб. 1	–31,40	–31,69	–31,56	–31,88	–21,93	–22,12	–0,18	–0,19	0,16
Лаб. 2	–31,23	–31,29	–31,43	–31,41	–21,46	–22,04	0,23	–0,73	0,52
Лаб. 3	–32,65	–32,12	–32,15	–32,13	–23,41	–23,64	–1,39	–0,56	–1,81
Лаб. 4	–31,55	–31,50	–31,46	–31,66	–22,40	–22,54	–0,15	0,48	–0,42
Лаб. 5	–31,50	–31,30	–31,80	–31,90	–22,00	–22,30	0,03	–0,04	0,00
Лаб. 6	–31,46	–31,75	–31,96	–31,75	–22,39	–22,10	–0,27	–0,05	–0,13

* Испытания проведены под руководством Международной межправительственной организации по виноградарству и виноделию (OIV) с учетом [5].

Окончание таблицы А.2

Код лаборатории	А	В	А	В	А	В	Вино № 1	Вино № 2	Вино № 3
Лаб. 7	–31,48	–30,66	–31,29	–29,35	–21,47	–20,57	0,50	2,71	1,48
Лаб. 8	–29,83	–30,17	–29,73	–31,35	–21,50	–21,96	2,04	2,31	0,55
Лаб. 9	–30,96	–30,90	–31,34	–31,21	–22,22	–22,27	0,70	0,99	–0,13
Лаб. 10	–32,34	–32,29	–32,68	–32,75	–23,25	–23,14	–1,29	–1,60	–1,37
Лаб. 11	–32,90	–32,70	–33,10	–33,10	–23,00	–23,50	–1,98	–2,29	–1,45
Лаб. 12	–31,91	–31,68	–32,22	–32,14	–22,58	–22,66	–0,54	–0,63	–0,62
Лаб. 13	–31,03	–31,10	–31,61	–31,68	–21,78	–21,74	0,51	0,33	0,51
Лаб. 14	–31,25	–30,93	–31,43	–31,54	–22,01	–22,02	0,57	0,62	0,17
Лаб. 15	–30,89	–30,88	–31,59	–31,47	–21,08	–21,07	0,76	0,53	1,41
Лаб. 16	–31,05	–30,98	–31,24	–30,97	–21,09	–21,49	0,58	1,30	1,13

Примечание — «А», «В» — результаты двух параллельных измерений, проведенных в лаборатории соответственно для вин «Вино № 1», «Вино № 2» и «Вино № 3».

Библиография

[1] Технический регламент Евразийского экономического союза ТР ЕАЭС 047/2018 — О безопасности алкогольной продукции

[2] Федеральный закон № 468-ФЗ от 27 декабря 2019 г. «О виноградарстве и виноделии в Российской Федерации»

[3] Федеральный закон № 171-ФЗ от 22 ноября 1995 г. «О государственном регулировании производства и оборота этилового спирта, алкогольной и спиртосодержащей продукции и об ограничении потребления (распития) алкогольной продукции»

[4] Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением. Госгортехнадзор России. М.: ГУП «Научно-технический центр по безопасности в промышленности Госгортехнадзора России», 2003

[5] ISO 5725—6—2002 — Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6: Use in practice of accuracy values (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике)

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.050,
67.160.10

Ключевые слова: винодельческая продукция, игристые вина, напитки, насыщенные диоксидом углерода, диоксид углерода, стабильные изотопы углерода, масс-спектрометрия изотопных отношений IRMS/SIRA, идентификация, качество, подлинность

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.07.2022. Подписано в печать 12.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

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