ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55518— 2013

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение состава растворенного диоксида углерода методом изотопного уравновешивания

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2062-ст

4 В настоящем стандарте учтены положения метода определения изотопного состава диоксида углерода в игристых винах Международной межправительственной организации винограда и вина OIV-MA-AS314-03 [Determination of the carbon isotope ratio $^{13}C/^{12}C$ of CO_2 in sparkling wines. Method using isotope ratio mass spectrometry (IRMS) of the International organization of vine and wine. Intergovernmental organization]

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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.ru)

© Стандартинформ, 2014

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, посуда, реактивы, материалы, стандартные вещества и растворы 2
6.1 Реактивы, стандартные вещества и растворы 2
6.2 Средства измерений и оборудование 3
7 Подготовка к выполнению определения 4
8 Проведение определения 5
9 Обработка результатов определения 5
10 Метрологические характеристики метода 5
10.1 Предел повторяемости (сходимости) 6
10.2 Предел воспроизводимости 6
10.3 Прецизионность метода 6
10.4 Контроль стабильности результатов измерений при реализации метода в лаборатории 6
11 Требования безопасности 6
12 Условия проведения определения 7
13 Протокол испытаний 7
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания по определению метрологических характеристик метода определения состава растворенного диоксида углерода в винодельческой продукции 8
Библиография 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение состава растворенного диоксида углерода методом изотопного уравновешивания

Wine products.
Determination of composition of the dissolved carbon dioxide by the isotopic equilibration method

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию — игристые вина, и устанавливает определение состава растворенного диоксида углерода методом изотопного уравновешивания в диапазоне измерений показателя $\delta^{13}C_{VPDB}$ от минус 50,00 до минус 9,00 ‰ в зависимости от источника происхождения диоксида углерода.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

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 12.1.010–76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018–93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 20301–74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1:81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31730–2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значения 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

Издание официальное

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 датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, 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 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

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 сокращения и обозначения:

‰ — «промилле», одна тысячная доля числа, 1/10 процента;

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

VPDB — международное стандартное вещество (МСВ) изотопного состава углерода *(Vienna Pee Dee Belemnite)*;

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

4 Сущность метода

Метод изотопного уравновешивания определения состава диоксида углерода $\delta^{13}C_{VPDB}$ основан на одновременном измерении изотопомеров диоксида углерода с массами 44, 45 и 46, который содержится в растворенном состоянии в винодельческой продукции и находится в равновесии с диоксидом углерода газовой фазы.

Выделение растворенного диоксида углерода и его переход в газовую фазу осуществляют в ходе контролируемого термодинамического процесса — реакции изотопного уравновешивания. После окончания реакции изотопного уравновешивания выделенный диоксид углерода подвергают хроматографической очистке, отделяют воду, затем определяют состав измерением отношений стабильных изотопов углерода $^{13}C/^{12}C$.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 31730.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы, стандартные вещества и растворы

6.1 Реактивы, стандартные вещества и растворы

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

6.1.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деионизированная (вода дистиллированная по ГОСТ 6709, пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20301) электрическим сопротивлением не менее 18,2 мОм.

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

Примечание — Газообразный диоксид углерода может быть использован в качестве рабочего стандартного вещества (см. 6.1.3).

6.1.3 Рабочее стандартное вещество (РСВ) — газообразный диоксид углерода с известным значением показателя $\delta^{13}C_{VPDB}$* согласно спецификации изготовителя, объемной долей основного вещества не менее 99,995 % в газовом баллоне, снабженном редуктором давления.

6.1.4 Вторичное стандартное вещество (ВСВ) категории NBS-18 «Кальцит» с $\delta^{13}C_{VPDB}$ равной минус 5,014 ‰**.

6.1.5 Гелий газообразный с объемной долей основного вещества не менее 99,999 % в газовом баллоне, снабженном редуктором давления.

6.2 Средства измерений и оборудование

6.2.1 Общелабораторное оборудование

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

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

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

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

Пробки из полимерного материала для укупорки пробирок вместимостью 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.

6.2.2 Штатив термостатируемый для пробирок вместимостью 12 см^3.

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

6.2.4 Устройство интерфейсное для выделения и очистки газовых фракций, а также для их дозирования в изотопный масс-спектрометр.

Интерфейсное устройство должно включать:

- хроматограф газовый 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. 6.2.5);
- модуль удаления из фракций диоксида углерода воды и других летучих соединений;
- модуль напуска фракций диоксида углерода в изотопный масс-спектрометр;
- манипулятор автоматический, снабженный двухигольчатым рабочим органом для подачи гелия, отвода смеси атмосферных газов и отбора фракций газовой фазы из пробирок, размещенных в штативе (см. 6.2.2);
- комплекс программно-аппаратный 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 IRMS/SIRA-масс-спектрометр (масс-спектрометр для отношений стабильных изотопов) без изотопного фракционирования.

---

* 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 6.1.3. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

** ВСВ используют 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. 6.1.2). Могут быть использованы ВСВ, приобретенные в Международном агентстве по атомной энергии. 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.

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

6.2.5 Масс-спектрометр для анализа отношений стабильных изотопов.

Масс-спектрометр должен включать:

- коллектор тройной универсальный, обеспечивающий одновременное измерение ионов изотопомеров диоксида углерода массами 44, 45 и 46;
- систему двойного напуска, обеспечивающую попеременное измерение анализируемой пробы и стандарта или специализированные системы подготовки*, работающие в потоке газа-носителя гелия, например, элементный анализатор, газовый или жидкостной хроматограф, прочие универсальные и адаптированные системы, позволяющие проводить хроматографическое разделение продуктов сжигания пробы и ввод образовавшегося диоксида углерода в масс-спектрометр 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 вторичный стандарт по 6.1.4];
- комплекс программно-аппаратный для подготовки, осуществления, регистрации и расчета функциональных операций по измерению изотопных соотношений.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7 Подготовка к выполнению определения

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

7.2 Осторожно, избегая интенсивного пенообразования, вскрывают укупорку потребительской тары с охлажденными по 7.1 пробами винодельческой продукции. Сразу после вскрытия укупорки с помощью градуированной пипетки или автоматического дозатора (см. 6.2.1) отбирают 400 мм^3 анализируемой пробы и дозируют на дно пробирки из боросиликатного стекла вместимостью 12 см^3 (см. 6.2.1). Пробирку герметично укупоривают пробкой с мембраной-вкладышем (см. 6.2.1). Укупоренную пробирку размещают в штативе, который предварительно прогревают до температуры 27,0 °С ± 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, осуществляют непосредственно после их размещения в штативе с помощью интерфейсного устройства (см. 6.2.4) или ручным способом. Для обеспечения правильности результатов определения рекомендуется использовать интерфейсное устройство. В этом случае операцию по замене атмосферных газов в пробирках ведут согласно рекомендациям и с помощью программно-аппаратного комплекса 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. 6.1.5). Скорость подачи гелия с помощью редуктора устанавливают на уровне 120 — 130 см^3/мин. Поток газов контролируют на выходе из первой иглы с помощью подходящего измерителя потока. Продувку пробирки гелием осуществляют в течение 10 мин. После окончания продувки иглы удаляют из мембраны.

---

* Допускается использование специальных автоматизированных комплексов, предназначенных для подготовки проб, хроматографической очистки газов, ввода газовых проб в масс-спектрометр и измерения изотопных соотношений. Автоматизированные комплексы должны обеспечивать соблюдение условий определения и воспроизведения результатов, установленные настоящим стандартом. В составе автоматизированного комплекса могут быть использованы устройства модельного ряда «Gasbench II» (и выше), масс-спектрометры для анализа отношений стабильных изотопов модельного ряда «Delta V» (Thermo Fisher Scientific), предназначенные для исследования стабильных изотопов кислорода в жидких пробах методом изотопного уравновешивания. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Описанным способом замену атмосферного воздуха 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 соотношений стабильных изотопов легких элементов на основе метода изотопного уравновешивания.

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.

8 Проведение определения

8.1 После выдержки пробирок с пробами согласно 7.4 с помощью интерфейсного устройства (см. 6.2.4) поочередно из каждой пробирки отбирают пробы газовой фазы, которые направляют для удаления воды, хроматографической очистки и получения фракций диоксида углерода, выделенных из анализируемых проб винодельческой продукции 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 ± 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 для анализа отношений стабильных изотопов (см. 6.2.5) для проведения определения изотопных соотношений.

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

9 Обработка результатов определения

Величину изотопного состава диоксида углерода в анализируемой пробе винодельческой продукции $\delta^{13}C_{VPDB}$, ‰, рассчитывают с помощью программы регистрации и обработки данных изотопного определения по формуле

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

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

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

1000 — поправочный коэффициент.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое 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 метода определения изотопного состава в растворенном диоксиде углерода анализируемой пробы винодельческой продукции приведены ниже, а также 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, превышает предел повторяемости (сходимости) r не более чем в 5 % случаев.

Установленные значения предела повторяемости (сходимости) метода составляют r = 0,58 ‰, 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, превышает предел воспроизводимости R не более чем в 5 % случаев.

Установленные значения предела воспроизводимости метода составляют R = 1,33 ‰, стандартное отклонение воспроизводимости S_R= 0,47 ‰.

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 6.14.

Стандартное отклонение рассчитывают по формуле

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

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

n — число измерений,

$\bar{y}_n$ – среднеарифметическое значение результатов измерений, рассчитанное по формуле

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

10.4 Контроль стабильности результатов измерений при реализации метода в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (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 ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

11 Требования безопасности

При работе на масс-спектрометре анализа отношений стабильных изотопов следует соблюдать:

- правила эксплуатации устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением/при вакууме [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 прибора.

При работе с чистыми веществами следует 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 следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

К работе на масс-спектрометре для анализа отношений стабильных изотопов допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой масс-спектрометрического измерения и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

Требования к безопасности распространяются на средства измерения, применяемые для целей настоящего стандарта, с метрологическими характеристиками, не уступающими перечисленным в разделе 6.

12 Условия проведения определения

При подготовке и проведении определения должны быть соблюдены следующие условия: температура окружающей среды от 10 °С до 25 °С включительно, относительная влажность воздуха от 40 % до 70 % включительно.

13 Протокол испытаний

В протоколе испытаний приводят:
- ссылку на настоящий стандарт;
- вид, происхождение и название пробы;
- способ и дату отбора пробы;
- дату поступления и испытания пробы;
- результаты определения;
- причины отклонений в процедуре определения от установленных условий.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания по определению метрологических характеристик метода определения состава растворенного диоксида углерода в винодельческой продукции

А.1 Результаты, представленные в таблице А.1, получены в рамках межлабораторного испытания по оценке точности метода, проведенного в 2003 — 2004 гг. на пяти пробах в 12 лабораториях под руководством Международной организации винограда и вина (OIV) согласно международному стандарту ИСО 5725.

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

Параметр	Проба				
	A	B	C	D	E
Количество лабораторий, исключенных из эксперимента по оценке точности после его завершения	0	1	0	0	0
Количество лабораторий, оставшихся в эксперименте по оценке точности после его завершения	12	11	12	12	12
Количество параллельных определений	2	2	2	2	2
Количество подтвержденных результатов	24	22	24	24	24
Среднеарифметическое значение y_n, ‰	минус 9,92	минус 20,84	минус 23,66	минус 34,80	минус 36,43
Предел повторяемости (сходимости) r, ‰	0,67	0,49	0,97	0,21	0,58
Стандартное отклонение повторяемости (сходимости) S_r, ‰	0,24	0,18	0,35	0,08	0,21
Предел воспроизводимости R, ‰	1,49	1,54	1,42	1,05	1,16
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, ‰	0,53	0,55	0,51	0,37	0,41

Примечание — Проба «А» — вино, насыщенное диоксидом углерода из сахара растений С4-группы, проба «В» — вино, насыщенное диоксидом углерода из сахара растений С3-группы, проба «С» — вино, насыщенное диоксидом углерода (сахар из растений С3-группы), проба «D» — вино, насыщенное промышленным диоксидом углерода, проба «Е» — вино, насыщенное промышленным диоксидом углерода.

Библиография

[1] H.Craig// Geochimica et Cosmochimica Acta.- 1957.- p. 133

[2] G.Hut. Group Meeting on Stable Isotope reference Samples for Geochimical and Hydrological Investigations (IAEA, Wien, 16.-18.September 1985)//IAEA Bericht.- 1987.- April

[3] A.I.Cabanero, T.San-Hipolito, M.Ruperez. Gasbench/isotope ratio mass spectrometry: a carbon isotope approach to detect exogenous CO_2 in sparkling drinks // Rapid Communications In Mass Spectrometry.- 2007.- № 21.- p. 3323-3328

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

УДК 664.863.001.4: 006.354	ОКС 67.050 67.160.10	Н59	ОКСТУ 9109

Ключевые слова: винодельческая продукция, диоксид углерода, стабильные изотопы легких элементов, углерод, метод изотопного уравновешивания, идентификация, безопасность, подлинность

Подписано в печать 02.10.2014. Формат 60х84⅛.
Усл. печ. л. 1,74. Тираж 40 экз. Зак. 4547

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru