ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ И КОНЬЯКИ

Фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации сахара с применением пикриновой кислоты (тринитрофенола)

Издание официальное

БЗ 12—2000/398

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным унитарным предприятием «Московское качество», Российской Ассоциацией хроматографистов им. М.С. Цвета, ГФУП Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы (ВНИИМС)

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 18 марта 2002 г. № 102-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВИНА, ВИНОМАТЕРИАЛЫ И КОНЬЯКИ

Фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации сахара с применением пикриновой кислоты (тринитрофенола)

Wines, wine materials and cognacs. Photoelectric colorimetric method for determination of sugar mass concentration using picric acid (trinitrophenol)

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вина, виноматериалы, коньяки (далее — продукт) и устанавливает фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации сахара (сахарозы, глюкозы, фруктозы) с применением пикриновой кислоты (тринитрофенола).

Диапазон измерения массовой концентрации сахара 0,1 — 300 г/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника

ГОСТ 1027—67 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ Р 51144—98 Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

*С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

3 Метод измерения

3.1 Метод измерения основан на восстановлении моносахаридами (или инвертным сахаром) пикриновой кислоты (тринитрофенола) в щелочной среде с образованием соли пикраминовой кислоты красно-коричневой окраски. Интенсивность образовавшейся окраски в реакционной среде пропорциональна содержанию сахара.

Границы относительной погрешности измерений концентрации сахара в продукте по данной методике δ ±8 % при $P = 0,95$.

4 Обор проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ Р 51144.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр, например, типа КФК-3).

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колбы 1-50-2, 1-100-2, 2-100-2, 1-200-2 и 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-2-5, 1-2-2-10, 1-2-2-20 и 1-1-2-2 по ГОСТ 29227.

Секундомер или часы с секундной стрелкой.

Термометры жидкостные стеклянные ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 24898.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос Комовского по [1].

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Пробирки вместимостью 25 $см^3$ с пришлифованными пробками по ГОСТ 1770—74.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,190 $г/см^3$.

Свинца окись, ч. по [2].

Кальций хлористый обезвоженный, ч. по [3].

Пикриновая кислота (тринитрофенол) с содержанием основного вещества не ниже 99 % вес., температурой плавления (121—123) °С, влажностью 30 — 40 % вес. (например Aldrich 23, 980-1, Fluka 80450 США, Merck 11 Германия, 7380 или РОСНВN-72/6193-32, Польша).

Свинец уксуснокислый, ч. 3-водный по ГОСТ 1027.

Натрия гидроокись, ч. д. а. по ГОСТ 4328.

Натрий сернокислый, х. ч. по ГОСТ 4166.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

6 Подготовка к выполнению измерения

При подготовке к выполнению измерения проводят следующие операции.

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Приготовление растворов гидроокиси натрия

6.1.1.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 0,5 %

Навеску массой (0,50 ± 0,01) растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Раствор охлаждают до 20 °С, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.1.1.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 35 %

Навеску массой (35,00 ± 0,01) г растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Раствор охлаждают до 20 °С, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Растворы гидроокиси натрия хранят при комнатной температуре не более 45 сут.

6.1.2 Приготовление раствора массовой долей пикриновой кислоты 0,5 %

Навеску массой (0,500 ± 0,001) г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 50 см^3 дистиллированной воды и растворяют при помешивании на кипящей водяной бане. Полученный раствор охлаждают до 20 °С, доводят его объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор следует хранить в темном месте при комнатной температуре не более 30 сут.

6.1.3 Приготовление раствора свинца уксуснокислого 3-водного

Навески окиси свинца массой (200,0 ± 0,2) г и свинца уксуснокислого 3-водного массой (600,0 ± 0,6) г перемешивают и растирают в ступке, смесь переносят в стакан, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и выпаривают на водяной бане до получения массы белого или красновато-белого цвета. Полученную массу пересыпают в склянку, добавляют 1900 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают, после отстаивания прозрачную жидкость декантируют в склянку с притертой пробкой. Раствор следует хранить в темном месте не более 30 сут.

6.1.4 Приготовление градуировочных растворов сахарозы и глюкозы

6.1.4.1 Приготовление градуировочных раствора сахарозы массовой концентрации 0,5 г/дм^3

Навеску перекристаллизованной сахарозы массой (0,500 ± 0,001) г, предварительно высушенную в течение 2—3 сут в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят до метки и перемешивают.

Раствор сахарозы следует готовить непосредственно перед его использованием.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 50 см^3 раствора сахарозы, приливают 5 см^3 концентрированной соляной кислоты (плотность 1,190 г/см^3), перемешивают и проводят инверсию сахарозы по 6.3.

Полученный раствор используют для проведения колориметрической реакции с пикриновой кислотой по 8.1.

6.1.4.2 Приготовление градуировочного раствора глюкозы массовой концентрации 0,5 г/дм^3

Навеску перекристаллизованной глюкозы массой (0,500 ± 0,001) г, предварительно высушенную в течение 2—3 сут в эксикаторе над хлористым кальцием, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят до метки и перемешивают.

Раствор глюкозы следует готовить непосредственно перед его использованием.

Полученный раствор используют для проведения колориметрической реакции с пикриновой кислотой по 8.1, не проводя инверсию по 6.3.

6.1.5 Приготовление раствора сернокислого натрия массовой концентрации 100 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят (100 ± 3) г сернокислого натрия марки х. ч., добавляют 500 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до растворения осадка. Затем доводят колбу до метки дистиллированной водой.

6.2 Подготовка прибора к работе

Подготовку фотоэлектрического колориметра к работе следует вести в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации предприятия-изготовителя.

6.3 Подготовка проб

6.3.1 Массовую концентрацию моносахаридов в винах (за исключением сухих вин), виноматериалах, в коньяках определяют после инверсии сахарозы, содержащейся в них. Для этого анализируемую пробу продукта разбавляют дистиллированной водой настолько, чтобы в разбавленном растворе содержание сахара составило 0,1 — 0,8 г/дм^3 (0,01 — 0,08 %). Фиксируют коэффициент разбавления K, равный отношению объема разбавленного раствора к объему исходной пробы. Коэффициент разбавления зависит от содержания сахара в анализируемой (исходной) пробе продукта.

50 см^3 полученного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 концентрированной соляной кислоты (плотность 1,190 г/см^3), перемешивают и проводят инверсию сахарозы. Для этого в колбу опускают термометр и помещают ее в работающий ультратермостат или водяную баню. Доводят температуру раствора до 67 — 70 °С в течение 2—3 мин и при этой температуре выдерживают раствор в течение 5 мин. Затем быстро охлаждают содержимое колбы до комнатной температуры, удаляют термометр, приливают 5 см^3 35 %-го раствора гидроокиси натрия для нейтрализации содержимого колбы, перемешивают, объем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают. Полученный раствор используют для анализа общего сахара.

Раздельное определение моносахаридов и сахарозы выполняют в два этапа: вначале без проведения инверсии определяют массовую концентрацию моносахаридов, а затем после проведения

инверсии общую массовую концентрацию сахаров. Массовую концентрацию сахарозы определяют как разность между общей концентрацией сахаров и массовой концентрацией моносахаридов.

6.3.2 Массовую концентрацию моносахаридов в сухих винах определяют непосредственно в образцах вин (без инверсии).

При анализе шампанских, игристых или шипучих вин предварительно проводят их дегазацию. Углекислоту удаляют путем интенсивного перемешивания пробы в течение 5—10 мин встряхиванием на шейкере, продуванием воздухом или частичным вакуумированием с помощью водоструйного насоса или насоса Комовского.

При разбавлении красных вин и виноматериалов менее чем в 50 раз и коньяков менее чем в 20 раз из них предварительно удаляют дубильные и красящие вещества. Необходимое для этого точное количество раствора ацетата свинца устанавливают предварительной пробой. Для этого в три мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ помещают по 20 — 50 $см^3$ испытуемого напитка. В каждую колбу добавляют по каплям раствор гидроокиси натрия по 6.1.1 массовой долей 0,5 % до нейтральной реакции (изменение окраски вин и виноматериалов на сине-зеленую и коньяков на темно-коричневую). В первую колбу вносят 0,5 $см^3$, во вторую 0,8 $см^3$ и в третью 1,0 $см^3$ раствора ацетата свинца на 10 $см^3$ красного вина или на 5 $см^3$ белого вина, виноматериалов, коньяка.

Содержимое колб доводят до метки дистиллированной водой, фильтруют или центрифугируют. Для осаждения дубильных и красящих веществ выбирают минимальный объем раствора ацетата свинца, при котором достигается обесцвечивание пробы. Для осаждения избыточного количества свинца к пробе добавляют по каплям раствор сульфата натрия (100 г сульфата натрия х. ч. в 1 $дм^3$ дистиллированной воды) до прекращения образования осадка, и после отстаивания раствор фильтруют через складчатый фильтр.

6.4 Определение градуировочного коэффициента фотоэлектроколориметра

Градуировочный коэффициент устанавливают для каждого экземпляра фотоэлектроколориметра с использованием градуировочных растворов сахарозы по 6.1.4.1 и глюкозы по 6.1.4.2 массовой концентрации 0,5 г/$дм^3$.

Путем разбавления данных растворов дистиллированной водой в 1,25; 2 и 4 раза готовят растворы массовой концентрацией сахарозы и глюкозы 0,40 г/$дм^3$; 0,25 г/$дм^3$ и 0,125 г/$дм^3$ соответственно. Для всех четырех градуировочных растворов (включая исходный 0,5 г/$дм^3$ сахарозы или глюкозы) проводят по пять параллельных определений значений оптической плотности D_j по 8.1 — 8.3. Относительное расхождение между максимальным и минимальным результатами измерений оптической плотности не должно превышать 0,1 $\left| \frac{D_{max} + D_{min}}{2} \right| = 0{,}05\ (D_{max} + D_{min})$. Вычисляют его среднеарифметическое значение ($D_i = \Sigma\ D_j/5$). Значение градуировочных коэффициентов B_i для каждого раствора находят по формуле

$$B_i = \frac{C_i}{D_i}, \tag{1}$$

где C_i — массовая концентрация сахарозы или глюкозы в i-м градуировочном растворе, г/$дм^3$.

Находят среднеарифметическое значение градуировочных коэффициентов B

$$B = \frac{\Sigma B_i}{5}. \tag{2}$$

Аналогичным образом проводят градуировку прибора с использованием глюкозы для определения концентрации сахаров в винах и виноматериалах, не подвергающихся инверсии.

Градуировку прибора проводят не реже одного раза в месяц.

7 Условия выполнения измерения

При подготовке к выполнению измерений и при выполнении измерений необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С ..... 20 ± 5
атмосферное давление, мм рт. ст. ..... 760 ± 40
относительная влажность воздуха, % ..... 20 — 60 (без конденсации паров)

напряжение в электросети, В ..... 220 ±20
частота в электросети, Гц ..... 50 ± 2
рабочая длина световой волны, нм ..... 440.

8 Выполнение измерения

8.1 В пробирку вместимостью 25 $см^3$ с пришлифованной пробкой вносят 6 $см^3$ 0,5 %-го раствора гидроокиси натрия. Приливают 2,5 $см^3$ анализируемого раствора, подготовленного по 6.3.1 и затем 1 $см^3$ 0,5 %-ного раствора пикриновой кислоты по 6.1.2.

8.2 Аналогично испытуемому раствору готовят холостую пробу, добавляя вместо анализируемого раствора дистиллированную воду.

8.3 Пробирки закрывают пришлифованными пробками, их содержимое перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 5 мин.

Затем содержимое пробирок охлаждают до комнатной температуры в проточной холодной воде и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине световой волны 440 нм в кювете рабочей длиной 10 мм; раствор сравнения — холостая проба в кювете с той же рабочей длиной. Значение оптической плотности D_1 записывают до 3-го десятичного знака.

8.4 Повторяют операции по 8.1 — 8.3 еще один раз. Записывают значение оптической плотности D_2 до 3-го десятичного знака.

9 Обработка результатов измерения. Форма представления результатов измерения

9.1 Результат каждого определения — массовую концентрацию сахара C_i, г/$дм^3$, рассчитывают по формуле

$$C_i = D\ B\ k \cdot 0{,}95, \tag{3}$$

где D — значение оптической плотности;

B — градуировочный коэффициент;

k — коэффициент разбавления анализируемой пробы (по 6.3.1);

0,95 — коэффициент перевода инвертного сахара в сахарозу (при анализе продуктов, не подвергавшихся инверсии, не вводится).

Значение каждого определения массовой концентрации сахара C_i, г/$дм^3$ записывают с тремя значащими цифрами.

За результат измерения $C_{ср}$, г/$дм^3$ принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений C_1 и C_2

$$C_{ср} = \frac{C_1 + C_2}{2}. \tag{4}$$

9.2 Результаты измерения массовой концентрации сахара в продукте, г/$дм^3$, представляют в виде:

$$(C_{ср} \pm \Delta), \tag{5}$$

где $C_{ср}$ — результат измерений, г/$дм^3$:

Δ — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации сахара, г/$дм^3$, при $P = 0{,}95$.

Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = \delta \times C/100$, (6)

где δ — граница относительной погрешности измерения массовой концентрации сахара, % (раздел 3).

10 Контроль погрешности результатов измерения

10.1 Оперативный контроль сходимости результатов измерения проводят путем сравнения расхождения между результатами двух параллельных определений массовой концентрации сахара в пробе продукции (d) с нормативом сходимости ($d_н$).

Сходимость результатов параллельных определений d признают удовлетворительной, если

$$d = |C_1 - C_2| \le d_н, \qquad (7)$$

где $d_н$ — норматив сходимости по таблице 1.

Оперативный контроль сходимости проводится при выполнении каждого анализа. При превышении норматива сходимости анализ пробы повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

10.2 Оперативный контроль внутрилабораторной воспроизводимости результатов измерения

Образцами для контроля являются реальные пробы вин и коньяков. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранную пробу делят на две равные части, которые анализируют два оператора в соответствии с разделом 8, максимально изменяя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа, используя разные фотоэлектроколориметры, разные партии реактивов и наборов мерной посуды.

Воспроизводимость результатов анализа признают удовлетворительной, если расхождение между результатами контрольных измерений $D_к$ не превышает норматив воспроизводимости $D_н$:

$$D_к = |C_I - C_{II}|\overline{C} \le D_н, \qquad (8)$$

где C_I, C_{II} — результаты анализа одной и той же пробы, полученные в условиях внутрилабораторных испытаний, г/дм^3, по 10.2;

$D_н$ — норматив воспроизводимости по таблице 1.

При превышении норматива контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива $D_н$ выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

10.3 Оперативный контроль погрешности измерения

Образцами для контроля являются реальные пробы продукта. При применении метода добавок объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по разделу 8. Отобранную пробу делят на две равные части, которые анализируют в точном соответствии с разделом 8. Во вторую часть вводят добавку-навеску перекристаллизованной сахарозы, высушенной в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 2—3 сут. Навески сахарозы берут с точностью ±0,001 г и растворяют их при комнатной температуре. Затем проводят измерение в соответствии с разделом 8. Добавка должна составлять 50 — 150 % от содержания сахара в пробе, но она должна выбираться в этом интервале таким образом, чтобы результат анализа пробы с добавкой ($C_д$) не выходил за верхний предел диапазона измерения массовой концентрации сахара в продукте (300 г/дм^3) с учетом границ погрешности измерения (чтобы $C_д$ было не более 270 г/дм^3).

Точность контрольных измерений признают удовлетворительной, если выполняется условие:

$$|C_д - C - X_д| \le K_д, \qquad (9)$$

где $K_д$ — норматив оперативного контроля погрешности измерений (таблица 1);

$C_д$ — результат анализа пробы с добавкой, г/дм^3;

C — результат анализа пробы, г/дм^3;

$X_д$ — значение добавки, г/дм^3.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности измерений $K_д$ (см. таблицу 1), измерение по 10.3 повторяют. При повторном превышении норматива $K_д$, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

10.4 Периодичность оперативного контроля внутрилабораторной воспроизводимости и (или) норматива оперативного контроля погрешности измерений устанавливается лабораторией, выполняющей измерения, с учетом фактического состояния дел (квалификации персонала, анализа результатов постоянного контроля сходимости параллельных определений, а также при смене реактивов и (или) других материалов, экземпляров применяемых средств измерений и т. п.).

В таблице 1 приведены значения нормативов оперативного контроля характеристик погрешности измерений массовой концентрации сахара.

Таблица 1 — Значения нормативов оперативного контроля сходимости, воспроизводимости и погрешности измерений массовой концентрации сахара

Норматив оперативного контроля сходимости $d_н$ ($n = 2$) при $P = 0{,}95$, г/дм^3	Норматив оперативного контроля воспроизводимости $D_у$ ($m = 2$) при $P = 0{,}95$, г/дм^3	Норматив оперативного контроля погрешности измерений $K_д$ при $P = 0{,}95$, г/дм^3
$0{,}075\ C_{ср}$	$0{,}11\ C_{ср}$	$0{,}08\ \sqrt{C_д^2 + C^2}$

11 Требования к квалификации персонала

11.1 К работе допускаются лица, имеющие высшее или среднее специальное образование и опыт работы с соответствующими реактивами и оборудованием.

11.2 К работе с фотоэлектроколориметром допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию фотоэлектроколориметров.

11.3 К работе с пикриновой кислотой допускается персонал, прошедший обучение соответствующим мерам безопасности.

12 Требования техники безопасности

12.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

12.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

12.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.4 Освещенность в помещении, где установлен фотоэлектроколориметр, должна быть не менее 300 лк.

12.5 В помещениях, предназначенных для хранения пикриновой кислоты (тринитрофенола) и работы с ней(ним), запрещается использование открытого огня, электронагревательных приборов с открытой спиралью и коллекторных электродвигателей мощностью более 10 кВт. В указанных помещениях запрещается хранение легковоспламеняющихся и горючих веществ, сосудов, работающих под давлением, и работа с ними.

12.6 Раскупоривание тары с пикриновой кислотой (тринитрофенолом) должно проводиться в отдельном помещении (кабине). Запрещается раскупоривание тары в тамбурах, проходах и помещениях для хранения и подготовки пикриновой кислоты (тринитрофенола).

12.7 При выполнении измерений с помощью фотоэлектроколориметра необходимо соблюдать «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок» [4]. Фотоэлектроколориметр должен быть установлен на лабораторном столе с деревянным или пластмассовым покрытием и надежно заземлен. Техническое обслуживание следует проводить при выключенном электропитании.

12.8 Хранение пикриновой кислоты (тринитрофенола) должно осуществляться в специально выделенном и оборудованном помещении с загрузкой, не превышающей расчетную, и соблюдением правил совместного хранения веществ и материалов по ГОСТ 12.1.004.

12.9 Пикриновую кислоту (тринитрофенол) необходимо хранить во влажном состоянии (30 — 40 % дистиллированной воды по массе) в темном закрытом месте при температуре 5—20 °С.

12.10 Для приготовления рабочего раствора пикриновую кислоту (тринитрофенол) сушат порциями не более чем по 5 г непосредственно перед приготовлением раствора.

Рекомендуется высушивание проводить в эксикаторе над хлористым кальцием. Температура при высушивании не должна превышать 50 °С.

12.11 При работе с пикриновой кислотой (тринитрофенолом) на рабочем месте должно находиться минимальное количество продукта, установленное в 6.1.2 настоящего стандарта.

Запрещается накапливать сухую (сухого) пикриновую кислоту (тринитрофенол), остатки ее (его) после приготовления раствора необходимо увлажнять дистиллированной водой.

12.12 Работы с пикриновой кислотой (тринитрофенолом) и содержащими ее растворами следует проводить только в вытяжных шкафах.

12.13 Не допускается контакт с пикриновой кислотой (тринитрофенолом) и ее (его) растворов с металлическими поверхностями из-за возможного образования легковоспламеняющихся солей (пикратов) и повышенной опасности возникновения взрыва.

12.14 Все материалы, контактирующие с пикриновой кислотой (тринитрофенолом), должны быть инертны к ней (нему).

12.15 Весь персонал, работающий с пикриновой кислотой (тринитрофенолом) должен пройти обучение соответствующим мерам безопасности.

12.16 При работе с пикриновой кислотой (тринитрофенолом) в помещении должно находиться не менее двух человек.

12.17 При работе необходимо применять двойные резиновые перчатки, фильтрующие промышленные противогазы или промышленные респираторы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 79 РСФСР 277—82. Насос Комовского. Технические условия
[2] ТУ 6-09-5382-88. Свинец (II) оксид. Технические условия
[3] ТУ 6-09-4711-88. Кальций хлористый обезвоженный. Технические условия
[4] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок. М., Энергоатомиздат, 1986

УДК 663.2.001.4:006.354 ОКС 67.160.10 ОКСТУ 9109 Н79

Ключевые слова: вина и виноматериалы, коньяки, фотоэлектроколориметрический метод, массовая концентрация сахаров, метод, контроль точности анализа

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.03.2002. Подписано в печать 17.04.2002. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95.
Тираж 800 экз. С 5210. Зак. 342.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru