

Изменение № 1 ГОСТ 32113—2013 Продукция винодельческая. Метод определения массовой концентрации лимонной кислоты

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 47—2015 от 18.06.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11113

За принятия изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG, KZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Наименование стандарта изложить в новой редакции:

«Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Ферментативный метод определения массовой концентрации лимонной кислоты

Alcoholic products and raw materials for their production. Enzymatic method for determination of citric acid mass fraction».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вина, виноматериалы, игристые вина (шампанское), винные напитки и сырье для их производства (далее — продукт) и устанавливает ферментативный метод определения массовой концентрации лимонной кислоты в указанных продуктах. Диапазон измерений — от 0,01 до 2,00 г/дм³».

Раздел 2 дополнить ссылками:

«ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 32095—2013 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Метод определения объемной доли этилового спирта»;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-6—2003 дополнить знаком сноски: *;

дополнить сноской — *;

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»;

исключить ссылки:

«ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические условия».

Раздел 4. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«Спектрофотометр с шириной спектральной полосы не более 10 нм для измерений при длинах волн 334, или 340, или 365 нм, с пределами допускаемых значений абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания $\pm 1\%$ (коветы из оптического стекла или полимерных материалов с толщиной поглощающего свет слоя 1 см).

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.»;

пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции:

«Пипетки с одной меткой 1-2-1, 1-1-1, 1-2-2, 1-1-2, 1-2-5, 1-1-5, 1-2-10, 1-1-10, 1-2-25, 1-1-25 по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 1-1-1-0,5; 1-1-2-0,5; 2-1-1-0,5; 2-1-2-0,5; 2-1-1-0,5; 1-1-1-1; 1-1-2-1; 2-1-1-1; 2-1-2-1; 2-1-1-1; 1-1-1-2; 1-1-2-2; 2-1-1-2; 2-1-2-2; 2-1-1-2; 1-1-1-5; 1-1-2-5; 2-1-1-5; 2-1-2-5; 2-1-1-5 по ГОСТ 29227.»;

восьмой абзац изложить в новой редакции:

«Колбы мерные 1-100-2, 2-100-2, 3-100-2, 1-500-2, 2-500-2, 3-500-2 по ГОСТ 1770.»;

одиннадцатый — четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Колбы Кн-1-50, Кн-2-50 по ГОСТ 25336.

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—01—01.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-10 ТС, Н-1-10 ТС, В-1-25 ТС, Н-1-25 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770.»;

восемнадцатый абзац изложить в новой редакции:

«глицилглицин, препарат массовой долей не менее 99 % основного вещества»;

двадцатый — двадцать третий абзацы изложить в новой редакции:

«Никотинамидадениндинуклеотид восстановленный (НАДН), препарат массовой долей основного вещества не менее 90 %.

Л-малатдегидрогеназа (Л-МДГ), ферментативная активность не менее 136 Е (ЕС 1.1.1.37).

Л-лактатдегидрогеназа (Л-ЛДГ), ферментативная активность не менее 280 Е (ЕС 1.1.1.27).

Цитратлиаза (ЦЛ), ферментативная активность не менее 12 Е (ЕС 4.1.3.6).»;

двадцать восьмой абзац изложить в новой редакции:

«Поливинилполипирролидон (ПВП)»;

предпоследний, последний абзацы изложить в новой редакции:

«Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.»;

дополнить абзацем (после последнего):

«Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также посуды, реактивов и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных».

Подраздел 6.2. Первый абзац после слов «соляной кислоты» дополнить словами: «приготовленной по ГОСТ 4517»;

второй, третий абзацы исключить.

Пункт 6.3.1 дополнить абзацем:

«Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес».

Пункт 6.3.5. Наименование изложить в новой редакции:

«Приготовление раствора никотинамидадениндинуклеотида восстановленного»;

первый абзац. Заменить обозначение: «NADH» на «НАДН».

Пункт 6.3.6. Наименование изложить в новой редакции:

«Приготовление раствора Л-малатдегидрогеназы/Л-лактатдегидрогеназы»;

первый абзац. Заменить обозначения: «МДГ» на «Л-МДГ», «ЛДГ» на «Л-ЛДГ».

Пункт 6.3.7. Наименование изложить в новой редакции:

«Приготовление раствора цитратлиазы»;

первый абзац. Заменить значение: «168 мг» на «50 мг».

Пункт 6.3.8 изложить в новой редакции:

«6.3.8 Приготовление контрольного раствора лимонной кислоты

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят от 0,200 до 0,500 г лимонной кислоты и доводят до метки раствором этилового ректифицированного спирта объемной долей 10 %.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес».

Пункт 6.4. Первый абзац. Исключить слово: «/фотометра».

Пункты 7.1.1, 7.1.2 изложить в новой редакции:

«7.1.1 Удаление диоксида углерода (двуокиси углерода)

Пробы продуктов, насыщенных диоксидом углерода, предварительно дегазируют. Избыток диоксида углерода удаляют в соответствии с ГОСТ 32095 (пункт 6.1).

7.1.2 Обесцвечивание интенсивно окрашенных проб продуктов

Интенсивно окрашенные красные пробы продуктов предварительно подвергают обесцвечиванию с помощью ПВП.

В стакан вместимостью 25 см³ вносят 0,2 г ПВП, добавляют 10—15 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Затем отстаивают в течение 15 мин и фильтруют через бумажный складчатый фильтр из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026. Осадок, оставшийся на фильтре, переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³, добавляют 10 см³ пробы продукта, перемешивают в течение двух-трех минут, а затем фильтруют через бумажный складчатый фильтр из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026. Полученный обесцвеченный фильтрат используют для дальнейших определений».

Пункт 7.1.3. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации лимонной кислоты, г/дм ³	Коэффициент разбавления К
От 0,01 до 0,24 включ.	1
Св. 0,24 » 0,85 »	4
» 0,85 » 1,25 »	5
» 1,25 » 2,00 »	10

Пункт 7.2. Таблица 2. Заменить обозначения и слово: «А» на «D», «NADH» на «НАДН», «МДГГ/ЛДГГ» на «L-МДГГ/L-ЛДГ», «Контрольный» на «Холостой»;

предпоследний, последний абзацы. Заменить обозначение: «А» на «D»;

последний абзац после слов «в растворы» дополнить словами: «находящиеся в кюветках».

Подразделы 8.1, 8.2 изложить в новой редакции:

«8.1 Массовую концентрацию лимонной кислоты C , г/дм³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{M \cdot V_1 \cdot F \cdot \Delta D}{\varepsilon \cdot d \cdot V_2 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где M — молярная масса лимонной кислоты, равная 192,1 г/моль;

V_1 — общий объем раствора в кювете, равный 3,12 см³ (см. таблицу 2);

F — коэффициент предварительного разбавления пробы;

ΔD — разность значений оптических плотностей, вычисляемая по формуле

$$\Delta D = (D_{1\text{ПР}} - D_{2\text{ПР}}) - (D_{1\text{Х}} - D_{2\text{Х}}), \quad (2)$$

где $D_{1\text{ПР}}$ и $D_{2\text{ПР}}$ — значения оптической плотности раствора с пробой продукта до и после добавления раствора МДГГ/ЛДГГ (см. 6.3.6);

$D_{1\text{Х}}$ и $D_{2\text{Х}}$ — значения оптической плотности холостой пробы до и после добавления раствора L-МДГГ/L-ЛДГГ (см. 6.3.6);

ε — молярный коэффициент поглощения НАДН, (дм³ · ммоль⁻¹ · см⁻¹):

- при 340 нм — 6,30;

- при 365 нм — 3,40;

- при 334 нм — 6,18;

d — толщина поглощающего свет слоя кюветы, равная 1 см;

V_2 — объем пробы продукта, равный 0,20 см³ (см. таблицу 2);

1000 — коэффициент пересчета ммоль в моль.

П р и м е ч а н и е — Если $(D_{1\text{Х}} - D_{2\text{Х}})$ имеет отрицательное значение, то его суммируют с $(D_{1\text{ПР}} - D_{2\text{ПР}})$. Определенная разность значений оптических плотностей ΔD , как правило, составляет не менее 0,100 и не более 0,800. В противном случае изменяют коэффициент разбавления по 7.1.3.

8.2 За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (сходимости) r .

Результаты измерений считают приемлемыми при условии

$$|C_1 - C_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot \bar{C}, \quad (3)$$

где C_1, C_2 — результаты двух параллельных определений массовой концентрации лимонной кислоты, г/дм³;

\bar{C} — среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации лимонной кислоты, г/дм³;

r — предел повторяемости (сходимости), приведенный в таблице 2а, %.

Если условие (3) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 4.2)».

Раздел 8 дополнить подразделом 8.3:

«8.3 Результат определений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где \bar{C} — среднеарифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 8.2, г/дм³;

$\pm \delta$ — границы относительной погрешности измерений (см. таблицу 2а), %.

Т а б л и ц а 2 а

Диапазон измерений массовой концентрации лимонной кислоты, г/дм ³	Предел повторяемости (сходимости) r , %, при $P = 0,95$	Предел воспроизводимости R , %, при $P = 0,95$	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %, при $P = 0,95$
От 0,01 до 2,00 включ.	5	7	5

Если содержание лимонной кислоты выходит за пределы границы диапазона измерений, приводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация лимонной кислоты менее 0,01 г/дм³ (более 2,00 г/дм³)».

Пункт 9.2. Заменить слова: «анализа одной и той же пробы» на «определений в одной и той же пробе»; «в таблице 4» на «в таблице 2а».

Пункт 9.3. Первый, второй абзацы. Заменить слово: «стандартный» на «контрольный» (3 раза); таблицу 3 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 3

Наименование раствора	Объем, см ³		
	Контрольный раствор	Проба	Контрольный раствор + проба
Буферный раствор по 6.3.4	1,00		
Раствор НАДН по 6.3.5	0,10		
Проба	—	0,20	0,10
Контрольный раствор	0,20	—	0,10
Бидистиллированная вода	1,80		
Раствор L-МДГ/L-ЛДГ по 6.3.6	0,02		

формулу 5 изложить в новой редакции; дополнить экспликацией:

$$\langle \Delta D_{\text{ПР} + \text{КОНТ}} = (D_{1\text{ПР} + \text{КОНТ}} - D_{2\text{ПР} + \text{КОНТ}}) - (D_{1\text{X}} - D_{2\text{X}}) , \quad (5)$$

где $D_{1\text{ПР} + \text{КОНТ}}$ и $D_{2\text{ПР} + \text{КОНТ}}$ — значения оптической плотности смеси контрольного раствора с пробой продукта до и после добавления раствора МДГГ/ЛДГГ (см. 6.3.6);

$D_{1\text{X}}$ и $D_{2\text{X}}$ — значения оптической плотности холостой пробы до и после добавления раствора L-МДГГ/L-ДГГ (см. 6.3.6).»;

формулу 6 изложить в новой редакции; дополнить экспликацией:

$$\langle \Delta D_{\text{КОНТ}} = (D_{1\text{КОНТ}} - D_{2\text{КОНТ}}) - (D_{1\text{X}} - D_{2\text{X}}) , \quad (6)$$

где $D_{1\text{КОНТ}}$ и $D_{2\text{КОНТ}}$ — значения оптической плотности контрольного раствора до и после добавления раствора МДГГ/ЛДГГ (см. 6.3.6).»;

формулу 7 изложить в новой редакции; дополнить экспликацией:

$$\langle \text{ПН} = \frac{100 \cdot (\Delta D_{\text{ПР} + \text{КОНТ}} - \Delta D_{\text{КОНТ}})}{2 \Delta D_{\text{КОНТ}}} , \quad (7)$$

где $\Delta D_{\text{пр + конт}}$ — значение разности оптических плотностей, найденное по формуле (5);

$\Delta D_{\text{конт}}$ — значение разности оптических плотностей, найденное по формуле (6).»;
последний абзац и таблицу 4 исключить.

Библиографические данные. Ключевые слова изложить в новой редакции:

«продукция алкогольная и сырье для ее производства, лимонная кислота, массовая концентрация, ферментативный метод, L-малатдегидрогеназа, L-лактатдегидрогеназа, цитратлиаза, поливинилполипирролидон, никотинамидадениндинуклеотид восстановленный».

(ИУС № 11 2015 г.)