

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

Е.П. Собина

25 мая 2023 г.



**«ГСИ. Анализаторы пива, сидра и пивоваренной продукции
BeerFoss FT Go. Методика поверки»
МП 13-241-2022**

Екатеринбург

2023

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в мае 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы пива, сидра и пивоваренной продукции BeerFoss FT Go. Методика поверки	МП 13-241-2022
--	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы пива, сидра и пивоваренной продукции BeerFoss FT Go (далее - анализаторы) производства «FOSS Analytical A/S», Дания, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622. Передача единицы массовой доли этилового спирта, массовой доли действительного экстракта, плотности осуществляется путем применения поверенных весов;

ГЭТ 54-2019 «Государственному первичному эталону единицы показателя рН активности ионов водорода в водных растворах» в соответствии с Приказом Росстандарта от 09.02.2022 № 324. Передача единицы рН осуществляется путем применения поверенного рН-метра.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли этилового спирта, %	от 0,5 до 20
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта, в поддиапазонах измерений, % от 0,5 до 12,0 % включ. св. 12,0 до 20,0 % включ.	± 10 ± 7,5
Диапазон измерений массовой доли действительного экстракта, %	от 1 до 17
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли действительного экстракта, %	±10
Диапазон измерений плотности, г/см ³	от 1,00 до 1,14
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности, г/см ³	±0,01
Диапазон измерений рН	от 3,0 до 5,8
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН	±0,2

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России №903н от 15.12.2020 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 09.02.2022 №324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя рН активности ионов водорода в водных растворах»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 2652-78 Калия бихромат технический. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12787-2021 Продукция пивоваренная. Методы определения объемной доли этилового спирта, массовой доли действительного экстракта и расчет экстрактивности начального сусла

ГОСТ 17299-78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 22524-77 Пикнометры стеклянные. Технические условия

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

ГОСТ 31764-2012 Пиво. Методы определения рН

ГОСТ 32036-2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 32081-2013 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Метод определения относительной плотности

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

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

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик - относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта - относительной погрешности измерений массовой доли действительного экстракта - абсолютной погрешности измерений плотности	да	да	11.1
- абсолютной погрешности измерений рН - диапазонов измерений	да	нет	11.2
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме: для меньшего числа измеряемых величин и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений, с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4, пределы допускаемой погрешности измерений температуры $\pm 0,2$ °С, относительной влажности ± 2 %	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	Промышленно выпускаемые образцы пива, сидра и пивоваренной продукции	-
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Промышленно выпускаемые образцы пива, сидра и пивоваренной продукции, обеспечивающие охват диапазона измерений и измеряемых величин, проанализированные в соответствии с Приложениями А, Б и В. Средства измерений, устройства, реактивы и материалы в соответствии с Приложениями А, Б и В: Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 500 г, ценой деления не более 0,1 г по ГОСТ OIML R 76-1. Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1. Термометр ртутный стеклянный, диапазон измерений от 0 до 55 °С, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,2$ °С	весы лабораторные ВЛТ-500, рег. № 25220-03 весы лабораторные электронные LE225D, рег. № 28158-04 термометр ртутный стеклянный ТЛ-4, рег. № 303-91

Продолжение таблицы 3

1	2	3
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	<p>рН-метр со стеклянным и хлорсеребряным электродами (или комбинированным стеклянным электродом) с диапазоном измерений от 0 до 14 рН и пределом допускаемой основной абсолютной погрешности измерения не более 0,05 рН.</p> <p>Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105±5) °С.</p> <p>Аппарат для встряхивания (шейкер - "качающаяся платформа") для различных типов лабораторной посуды.</p> <p>Баня водяная.</p> <p>Часы механические.</p> <p>Колба Кн-1-1000 или Кн-2-1000 по ГОСТ 25336.</p> <p>Колба П-1, П-2-250 или П-1, П-2-500 по ГОСТ 25336.</p> <p>Воронка В-56 или В-75, или В-100 по ГОСТ 25336.</p> <p>Холодильник ХПТ-3 или ХШ-3 по ГОСТ 25336.</p> <p>Каплеуловитель КО-14/23-60 или КО-60 по ГОСТ 25336.</p> <p>Пикнометр ПЖ2-50 или ПЖ3-1-50, или ПЖ3-2-50 по ГОСТ 22524, допускается применение пикнометра Рейшауэра номинальной вместимостью 50 см³ и горловиной диаметром не более 6 мм.</p> <p>Стакан 4 или 5 по ГОСТ 9147.</p> <p>Стакан ВН-50 или ВН-100 по ГОСТ 25336.</p> <p>Колба коническая вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336.</p> <p>Промывалка п/э вместимостью 250 см³.</p> <p>Мешалка магнитная.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.</p> <p>Калия бихромат, 1с по ГОСТ 2652.</p> <p>Кислота серная, ч.д.а. по ГОСТ 4204.</p> <p>Спирт этиловый по ГОСТ 32036 или ГОСТ 17299.</p> <p>Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.</p> <p>Груша резиновая.</p>	рН-метр РВ-11, рег. № 23011-02

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены.

6.3 Допускается использовать при поверке средства измерений, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3. При наличии стандартных образцов утвержденного типа, отвечающих требованиям запаса по точности, а также соответствующей матрицы и аттестованных характеристик, предпочтительнее использовать стандартные образцы состава пива, сидра и пивоваренной продукции.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее - РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Провести измерения массовой доли этилового спирта, массовой доли действительного экстракта, плотности и рН в промышленно выпускаемых образцах пива, сидра и пивоваренной продукции в соответствии с Приложениями А, Б и В.

9.3 Опробование

Проводят контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

При проведении опробования применяют промышленно выпускаемые образцы пива. Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения образца пива в соответствии с РЭ. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерений выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Для вывода идентификационных данных ПО на сенсорном дисплее анализатора необходимо выбрать иконку с изображением шестеренки, далее выбрать пункт меню «Информация». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	BeerFoss FT Go
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.0.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта, относительной погрешности измерений массовой доли действительного экстракта, абсолютной погрешности измерений плотности, абсолютной погрешности измерений рН

Провести измерения с применением проб промышленно выпускаемых образцов пива, сидра и пивоваренной продукции, проанализированных в соответствии с Приложениями А, Б и В. При проверке относительной погрешности измерений массовой доли действительного экстракта, абсолютной погрешности измерений плотности, абсолютной погрешности измерений рН образцы должны быть выбраны таким образом, чтобы по каждой характеристике было по три значения – в нижней и верхней точке диапазона, а также близкое к середине. При проверке относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта необходимо использовать не менее 2 образцов для каждого поддиапазона измерений.

Результаты измерений на анализаторе (массовую долю этилового спирта, массовую долю действительного экстракта, плотность и рН) получить с применением РЭ.

11.2 Определение диапазонов измерений

Определение диапазонов измерений провести одновременно с определением характеристик погрешности измерений по 11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта и массовой доли действительного экстракта

По каждому из полученных по 11.1 результатов рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли этилового спирта и массовой доли действительного экстракта по формуле

$$\delta_i = \frac{(W_i - A_i)}{A_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где W_i – результат измерений массовой доли этилового спирта (массовой доли действительного экстракта) в i -м образце, %;

A_i – значение массовой доли этилового спирта (массовой доли действительного экстракта) в i -м образце, полученное в соответствии с Приложением А, %.

12.2 Определение абсолютной погрешности измерений плотности

По каждому из полученных по 11.1 результатов рассчитать абсолютную погрешность измерения плотности по формуле

$$\Delta_i = \rho_i - \rho_{A,i}, \quad (2)$$

где ρ_i – результат измерений плотности i -го образца, г/см³;

$\rho_{A,i}$ – значение плотности в i -м образце, полученное в соответствии с Приложением Б, г/см³.

12.3 Определение абсолютной погрешности измерений рН

По каждому из полученных по 11.1 результатов рассчитать абсолютную погрешность измерения рН по формуле

$$\Delta_i = pH_i - pH_{A,i}, \quad (3)$$

где pH_i – результат измерений рН i -го образца;

$pH_{A,i}$ – значение рН в i -м образце, полученное в соответствии с Приложением В.

12.4 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта, относительной погрешности измерений массовой доли действительного экстракта, абсолютной погрешности измерений плотности, абсолютной погрешности измерений рН, а также диапазоны измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.4 По заявлению владельца анализатора или лица, представляющего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки и о составе СИ.

**И.о. зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



Голынец О.С.

Приложение А (обязательное)

Методика измерений массовой доли этилового спирта и массовой доли действительного экстракта в пробах пива, сидра и пивоваренной продукции дистилляционным методом (на основе ГОСТ 12787-2021)

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений массовой доли этилового спирта и массовой доли действительного экстракта в пробах пива, сидра и пивоваренной продукции дистилляционным методом.

Границы относительной погрешности измерений массовой доли этилового спирта $\pm 4,0$ % при доверительной вероятности $P=0,95$. Границы относительной погрешности измерений массовой доли действительного экстракта $\pm 3,0$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

А.1 Метод измерений

Метод основан на дистилляционном выделении этилового спирта и его улавливании при кипячении навески продукции в дистилляционной установке с последующим их доведением до первоначальной массы и определением относительной плотности дистиллята и остатка после дистилляции.

А.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 500 г, ценой деления не более 0,1 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Аппарат для встряхивания (шейкер - "качающаяся платформа") для различных типов лабораторной посуды.

Баня водяная.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температур $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Часы механические.

Термометр ртутный стеклянный диапазон измерений от 0 до 55 $^\circ\text{C}$, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,2$ $^\circ\text{C}$.

Колба Кн-1-1000 или Кн-2-1000 по ГОСТ 25336.

Колба П-1, П-2-250 или П-1, П-2-500 по ГОСТ 25336.

Воронка В-56 или В-75, или В-100 по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-3 или ХШ-3 по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель КО-14/23-60 или КО-60 по ГОСТ 25336.

Пикнометр ПЖ2-50 или ПЖ3-1-50, или ПЖ3-2-50 по ГОСТ 22524, допускается применение пикнометра Рейшауэра номинальной вместимостью 50 cm^3 и горловиной диаметром не более 6 мм.

Стакан 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Калия бихромат, 1с по ГОСТ 2652.

Кислота серная, ч.д.а. по ГОСТ 4204.

Спирт этиловый по ГОСТ 32036 или ГОСТ 17299.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

*Примечание: 1. Допускается применение промышленно выпускаемого дистиллятора.
2. Допускается применение других средств измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.*

А.3 Подготовка к выполнению измерений

А.3.1 Подготовка прозрачной пробы продукции

Для определения содержания массовой доли этилового спирта (250 ± 50) см³ продукции вносят в колбу вместимостью 1000 см³, доводят температуру пробы продукции до $(20,0 \pm 1,0)$ °С, затем встряхивают, закрыв колбу ладонью, периодически приоткрывая ее, до тех пор, пока прекратится ощущение давления изнутри. Встряхивание повторяют два-три раза с интервалом в 5 мин.

Допускается применение аппарата для встряхивания. В этом случае колбу с пробой продукции закрывают пробкой с одним отверстием, через которое пропущена тонкая трубка для выхода газа, закрепляют в аппарате и встряхивают в течение $(25,0 \pm 5,0)$ мин.

Допускается использование фильтровальной бумаги или фильтров для дегазации и ультразвуковой бани.

При предполагаемой массовой доле этилового спирта в пробе более 8 % проводят соответствующее разведение дистиллированной водой, которое учитывают при обработке результатов.

А.3.2 Подготовка мутной пробы продукции

Мутную пробу после проведения подготовки пробы по А.3.1 фильтруют через бумажный фильтр.

А.3.3 Приготовление раствора бихромата калия массовой концентрацией 92 г/дм³

В стакане взвешивают $(9,2 \pm 0,1)$ г бихромата калия, переносят стакан с навеской в шкаф с принудительной циркуляцией воздуха и медленно вносят при перемешивании 100 см³ серной кислоты.

Раствор хранят не более 3 мес. в плотно укупоренной темной упаковке в хорошо вентилируемом помещении при температуре $(20,0 \pm 5,0)$ °С. Смесь пригодна до тех пор, пока она не приобретет зеленый цвет.

А.3.4 Подготовка пикнометра к проведению определений

А.3.4.1 Подготовка пикнометра Рейшауэра и пикнометра типа ПЖ2

В шкафу с принудительной циркуляцией воздуха в пикнометр вносят через воронку Рейшауэра хромовую смесь, приготовленную по А.3.3, энергично встряхивают содержимое пикнометра в течение 5-10 мин, далее сливают хромовую смесь в термостойкий стакан и вносят в пикнометр дистиллированную воду аккуратно для удаления остатков хромовой смеси. Промывание дистиллированной водой повторяют до полной прозрачности пикнометра.

Далее пикнометр высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы в течение 3 ч при температуре $(105,0 \pm 5,0)$ °С, охлаждают и взвешивают. Высушивание пикнометра проводят до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 3 %.

В подготовленный пикнометр вносят дистиллированную воду с температурой $(20,0 \pm 1,0)$ °С до уровня, немного превышающего отметку, через воронку Рейшауэра, затем пикнометр погружают в водяную баню таким образом, чтобы уровень воды был выше уровня воды в пикнометре и выдерживают в течение (20 ± 5) мин при температуре $(20,0 \pm 1,0)$ °С.

Затем в пикнометре устанавливают уровень воды таким образом, чтобы нижний край мениска находился на уровне отметки, применяя подготовленную фильтровальную бумагу с ровно обрезанными краями, свернутую в тонкую трубочку. Пикнометр вынимают из водяной бани, тщательно вытирают горлышко внутри пикнометра и весь пикнометр снаружи и взвешивают на весах до четвертого знака после запятой.

Процедуру наполнения пикнометра водой, термостатирования, установки мениска и взвешивания повторяют четыре раза. За конечный результат определения массы пикнометра с водой берут среднее арифметическое значение.

Подготовку пикнометра повторяют один раз в месяц.

А.3.4.2 Подготовка пикнометра типа ПЖЗ

Подготовку пикнометра проводят по А.3.4.1, со следующими изменениями: в пикнометр вносят дистиллированную воду до полного его заполнения и погружают в водяную баню при температуре $(20,0 \pm 1,0)$ °С до верхнего среза пикнометра и выдерживают в течение (20 ± 5) мин.

Затем пикнометр вынимают, закрывают капиллярной пробкой, плотно притирая ее к стенке горлышка пикнометра. Избыток воды на верхнем срезе капиллярной пробки удаляют фильтровальной бумагой. Пикнометр тщательно вытирают, надевают колпачок и взвешивают по А.3.4.1.

А.3.5 Подготовка установки для дистилляции этилового спирта

А.3.5.1 Проведение дистилляции 5%-ного раствора этилового спирта

Дистилляционную установку собирают из плоскодонной перегонной колбы, холодильника, каплеуловителя и приемника дистиллята. В предварительно взвешенную с точностью до первого десятичного знака плоскодонную колбу (приемную колбу) вносят $(100,0 \pm 5,0)$ г 5%-ного раствора этилового спирта, присоединяют к ней каплеуловитель, тщательно притирая шлифы, соединяют каплеуловитель, холодильник.

В предварительно взвешенную с точностью до первого десятичного знака плоскодонную колбу (приемную колбу) вносят $(10,0 \pm 2,0)$ см³ дистиллированной воды и погружают в воду отводную трубку холодильника для стекания дистиллята во избежание потерь при испарении этилового спирта. Устанавливают приемную колбу в емкость с холодной водой или льдом с температурой $(5,0 \pm 2,0)$ °С.

Шлифы дистилляционной установки смазывают перед началом работы вазелином для предотвращения потерь этилового спирта.

Холодильник дистилляционной установки заполняют холодной водой, затем включают нагрев перегонной колбы и обеспечивают ее равномерное кипение в течение всей дистилляции.

Дистилляцию заканчивают, когда приемная колба на 2/3-3/4 от объема перегоняемой спиртосодержащей жидкости заполнена дистиллятом. Отключают нагрев перегонной колбы и следят за каплями стекающего дистиллята. Воду отключают в том случае, когда дистиллят заканчивает стекать в приемную колбу.

Дистилляцию повторяют не менее трех раз и при возврате дистиллята в перегонную колбу приемник промывают 50 см³ дистиллированной воды.

А.3.5.2 Определение массовой доли этилового спирта в исходном растворе и в дистилляте

В исходном растворе и полученном дистилляте этилового спирта по А.3.5.1 определяют массовую долю этилового спирта.

В подготовленный пикнометр по А.3.4 вносят исходный раствор с температурой $(20,0 \pm 1,0)$ °С до уровня, немного превышающего отметку, через воронку Рейшауэра, затем пикнометр погружают в водяную баню таким образом, чтобы уровень воды был выше уровня жидкости в пикнометре, выдерживают в течение (20 ± 5) мин при температуре $(20,0 \pm 1,0)$ °С и далее выполняют требования по А.3.4.1 или А.3.4.2 в зависимости от применяемого типа пикнометра. Те же требования применяют к дистилляту этилового спирта.

А.3.5.3 Обработка результатов

Относительную плотность d в исходном растворе или дистилляте вычисляют по формуле

$$d = \frac{m - m_1}{m_2 - m_1}, \quad (\text{A.1})$$

где m - масса пикнометра с исходным раствором или раствором дистиллята, г;

m_1 - масса пикнометра, г;

m_2 - масса пикнометра с дистиллированной водой, г.

Массовую долю этилового спирта в процентах в зависимости от относительной плотности исходного раствора или раствора дистиллята определяют по таблице А.1 приложения А ГОСТ 12787-2021.

А.3.5.4 Проверку подготовки дистилляционной установки для определения массовой доли этилового спирта проводят в случае применения новой установки.

А.4 Порядок выполнения измерений

А.4.1 Определение массовой доли этилового спирта

А.4.1.1 В сухую плоскодонную колбу с известной массой вносят $(100,0 \pm 1,0)$ г продукции, подготовленной по А.3.1 или А.3.2, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды. Далее дистилляцию проводят по А.3.5.1.

После окончания дистилляции массу содержимого приемной колбы доводят дистиллированной водой до $(100,0 \pm 1,0)$ г, перемешивают и проводят определение по А.3.5.2 и А.3.5.3.

А.4.1.2 Относительную плотность d дистиллята вычисляют по формуле (А.1).

Массовую долю этилового спирта в процентах в зависимости от относительной плотности исходного раствора или раствора дистиллята определяют по таблице А.1 приложения А ГОСТ 12787-2021.

А.4.2 Определение массовой доли действительного экстракта

А.4.2.1 В перегонную колбу с содержимым, полученным по А.4.1.1, вносят дистиллированную воду до массы содержимого $(100,0 \pm 1,0)$ г, перемешивают, определяют относительную плотность пикнометром при температуре $(20,0 \pm 0,2) \text{ }^\circ\text{C}$ по А.3.5.2.

А.4.2.2 Относительную плотность раствора после дистилляции продукции d_1 вычисляют по формуле

$$d_1 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1}, \quad (\text{A.2})$$

где m_3 - масса пикнометра с раствором после дистилляции продукции, г.

Массовую долю действительного экстракта в процентах в зависимости от относительной плотности раствора после дистилляции продукции определяют по таблице А.2 приложения А ГОСТ 32095-2013.

А.5. Допускается использование других аттестованных в установленном порядке методик, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.

Приложение Б (обязательное)

Методика измерений плотности проб пива, сидра и пивоваренной продукции с использованием пикнометра (на основе ГОСТ 32081-2013)

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений плотности проб пива, сидра и пивоваренной продукции с использованием пикнометра.

Границы абсолютной погрешности $\pm 0,00032$ г/см³ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Б.1 Метод измерений

Метод основан на установлении массы определенного объема дистиллированной воды и массы равного объема испытуемого продукта пикнометром при температуре 20 °С.

Б.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

Пикнометры по ГОСТ 22524 типа ПЖ2 номинальной вместимостью 50 см³ с наружным диаметром горловины (6 ± 1) мм.

Термометр ртутный стеклянный диапазон измерений от 0 до 55 °С, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,2$ °С.

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Груша резиновая.

Баня водяная, обеспечивающая температуру 20 °С.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Спирт этиловый по ГОСТ 32036 или ГОСТ 17299.

Примечание: Допускается применение других средств измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

Б.3 Подготовка к выполнению измерений

Массу пустого пикнометра и пикнометра с водой определяют не реже одного раза в год.

Б.3.1 Определение массы пустого пикнометра

Тщательно вымытый пикнометр ополаскивают снаружи и внутри дистиллированной водой и переворачивают вверх дном для стекания воды. Затем его промывают этиловым спиртом и продувают воздухом при помощи резиновой груши, одетой на стеклянную трубку с оплавленным концом, до полного высушивания. Пикнометр снаружи вытирают сухим полотенцем или фильтровальной бумагой, закрывают пробкой, выдерживают 30 мин в футляре весов и взвешивают. Промывание спиртом, эфиром, высушивание и определение массы пикнометра повторяют не менее двух раз. Расхождение между результатами параллельных определений массы пикнометра не должно превышать 0,0003 г. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений.

Б.3.2 Определение массы пикнометра с водой

Пикнометр наполняют свежевскипяченной охлажденной дистиллированной водой чуть выше метки, закрывают пробкой, помещают в водяную баню, в которой поддерживают температуру $(20\pm 0,2)$ °С. Через 30 мин, не вынимая пикнометр из водяной бани, доводят объем воды в нем точно до метки с помощью фильтровальной бумаги с ровно обрезанными краями, свернутой в тонкую трубочку и (или) тонкой полоски фильтровальной бумаги.

Внутреннюю поверхность шейки пикнометра выше метки тщательно вытирают фильтровальной бумагой, не касаясь уровня жидкости. Затем пикнометр закрывают пробкой, вынимают из водяной бани, досуха вытирают сухим полотенцем, выдерживают 30 мин в футляре весов и взвешивают. Определение массы пикнометра с водой повторяют до тех пор, пока расхождение между крайними значениями четырех параллельных определений будет не более 0,0030 г. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных определений.

Установленная масса пикнометра с водой служит для последующих определений относительной плотности продукта.

Б.4 Порядок выполнения измерений

Перед проведением определения из продукта, содержащего избыток двуокиси углерода, ее удаляют.

Чистый, сухой пикнометр ополаскивают три-четыре раза исследуемым продуктом. Тем же продуктом наполняют пикнометр чуть выше метки, закрывают пробкой и помещают на 30 мин в водяную баню, в которой поддерживают температуру $(20 \pm 0,2)$ °С. Объем исследуемого продукта доводят до метки, как указано в Б.3.2, затем пикнометр помещают в футляр весов, выдерживают 30 мин и взвешивают.

Б.5 Обработка результатов

Б.5.1 Относительную плотность продукта d_{20}^{20} вычисляют по формуле

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}, \quad (\text{Б.1})$$

где m_2 - масса пикнометра с исследуемым продуктом, г;

m - масса пикнометра, г;

m_1 - масса пикнометра с водой, г.

Вычисления проводят с точностью до пятого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до четвертого десятичного знака.

Б.5.2 Плотность продукта ρ , г/см³, вычисляют по формуле

$$\rho = d_{20}^{20} \cdot 0,9982, \quad (\text{Б.2})$$

где 0,9982 - плотность воды при температуре 20 °С, г/см³.

Б.6 Допускается использование других аттестованных в установленном порядке методик, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.

Приложение В

(обязательное)

Методика измерений рН проб пива, сидра и пивоваренной продукции с использованием рН-метра (на основе ГОСТ 31764-2012)

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений рН проб пива, сидра и пивоваренной продукции с использованием рН-метра.

Границы абсолютной погрешности $\pm 0,1$ рН при доверительной вероятности $P=0,95$.

В.1 Метод измерений

Метод основан на измерении активности ионов водорода рН при помощи рН-метра с электродной системой.

В.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

рН-метр со стеклянным и хлорсеребряным электродами (или комбинированным стеклянным электродом) с диапазоном измерений от 0 до 14 рН и пределом допускаемой основной абсолютной погрешности измерения не более 0,05 рН.

Мешалка магнитная.

Аппарат для встряхивания (шейкер - "качающаяся платформа") для различных типов лабораторной посуды.

Термометр ртутный стеклянный диапазон измерений от 0 до 55 °С, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,2$ °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Стакан ВН-50 или ВН-100 по ГОСТ 25336.

Колба коническая вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336.

Промывалка п/э вместимостью 250 см³.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание: Допускается применение других средств измерения с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

В.3 Подготовка к выполнению измерений

В.3.1 Подготовка пробы

В.3.1.1 Для освобождения пива от двуокиси углерода 200 см³ пива наливают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Колбу с пивом закрывают пробкой с одним отверстием, в которое вставлена тонкая трубка для выхода газа, закрепляют в аппарате и встряхивают в течение 20-30 мин.

Затем пиво фильтруют через складчатый фильтр для дополнительного удаления двуокиси углерода.

В.3.3.2 При применении рН-метра, не обеспеченного системой термокомпенсации, температуру пробы доводят до (20 ± 2) °С.

В.3.2 Хранение и подготовка электродов

В.3.2.1 Стеклянный или комбинированный электрод хранят в дистиллированной воде, электрод сравнения - в насыщенном растворе хлористого калия.

В.3.2.2 Перед измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой и снимают остатки воды фильтровальной бумагой.

В.4 Порядок выполнения измерений

В.4.1 Отбирают в чистый сухой стакан примерно 50 см³ подготовленного по В.4.3 пива, опускают на дно магнитный якорь, устанавливают стакан на магнитную мешалку.

В.4.2 Погружают концы закрепленных на штативе электродов в пиво не менее чем на 15 мм, включают магнитную мешалку и измеряют значение рН согласно инструкции к прибору при постоянном перемешивании.

Показание записывают до второго десятичного знака.

В.5 Обработка результатов

За окончательный результат испытания принимают округленное до первого десятичного знака среднеарифметическое значение двух параллельных определений рН, полученных в условиях повторяемости, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,1 рН.

В.6. Допускается использование других аттестованных в установленном порядке методик, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.