ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52930— 2008

ВОДКИ, ВОДКИ ОСОБЫЕ И ВОДА ДЛЯ ИХ ПРИГОТОВЛЕНИЯ

Определение массовой концентрации катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот методом капиллярного электрофореза

Издание официальное

БЗ 12—2007/481

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликероводочная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июня 2008 г. № 127-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом указателе «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

© Стандартинформ, 2008

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 Отбор проб и подготовка образцов 2
4 Метод измерений 3
4.1 Сущность метода 3
4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 3
4.3 Подготовка к выполнению измерений 4
4.4 Приготовление градуировочных растворов 4
4.5 Выполнение измерений 4
4.6 Градуировка прибора 5
4.7 Анализ образца 5
4.8 Обработка результатов измерений 6
4.9 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости 8
5 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории 8
6 Требования безопасности 8
Приложение А (обязательное) Приготовление рабочего раствора электролита для определения массовой концентрации катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот для анализа водок, водок особых и воды для их приготовления 10
Приложение Б (обязательное) Методика приготовления градуировочных растворов катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот для анализа водок, водок особых и воды для их приготовления 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДКИ, ВОДКИ ОСОБЫЕ И ВОДА ДЛЯ ИХ ПРИГОТОВЛЕНИЯ

Определение массовой концентрации катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот методом капиллярного электрофореза

Vodkas, special vodkas and water for their production.
Determination of cations, amines, anions of non-organic and organic acids content by capillary electrophoresis method

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водки, водки особые, воду для их приготовления и устанавливает экспресс-метод капиллярного электрофореза, обеспечивающий одновременное определение массовой концентрации катионов (аммония, калия, натрия, кальция, магния, марганца, стронция, лития, бария), аминов (этаноламина, пропиламина), анионов неорганических кислот (хлоридов, нитритов, нитратов, роданидов, сульфатов, фторидов, фосфатов), анионов органических кислот (муравьиной, уксусной, щавелевой, винной, яблочной, лимонной, гликолевой, молочной, бензойной, янтарной, фумаровой) — формиатов, ацетатов, оксалатов, тартратов, малатов, цитратов, гликолятов, лактатов, бензоатов, сукцинатов, фумаратов.

Диапазоны измеряемых массовых концентраций катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот в водке и воде — от 0,5 до 20 мг/дм^3 (марганца — от 0,1 до 20 мг/дм^3; фторидов — от 0,5 до 10 мг/дм^3).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 51592—2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51698—2000 Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

ГОСТ Р 52472—2005 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

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

Издание официальное

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 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4140—74 Реактивы. Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4209—77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6341—75 Реактивы. Кислота янтарная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10521—78 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб и подготовка образцов

3.1 Отбор проб для анализа водки — по ГОСТ Р 52472 (подразделы 4.5 и 4.6).

3.2 Готовят образец водки. Для этого из одной бутылки водки, направленной в лабораторию для проведения измерений, в виалу вместимостью 2 $см^3$, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, микродозатором вместимостью 1 — 5 $см^3$ вносят 1 $см^3$ продукта.

3.3 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости готовят образец водки по 3.2 отдельно от каждой из двух бутылок, направленных в лабораторию для проведения измерений.

3.4 Отбор проб для анализа воды — по ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593. Объем пробы воды должен быть не менее 100 см³. Пробу воды разливают в две емкости из полимерного материала примерно по 50 см³ в каждую.

Готовят образец (образцы) воды по 3.2 и 3.3, используя вместо бутылок водки емкости из полимерного материала с водой.

3.5 Пробы водок, особых водок и воды для их приготовления, предназначенные для определения содержания фторидов, хранят в емкостях из полимерного материала, не содержащего фтор.

Пробы для определения содержания нитратов, нитритов и фосфатов хранят не более 8 ч при температуре не выше 25 °С. Хранение проб более 8 ч проводят по ГОСТ Р 51592.

3.6 При необходимости отделения взвесей в отобранных пробах их пропускают через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывая первую порцию фильтрата объемом 5 — 10 см³.

3.7 Анализ образца водки или воды проводят по 4.7.

4 Метод измерений

4.1 Сущность метода

Метод основан на разделении катионов, аминов, анионов вследствие их различной электрофоретической подвижности в процессе миграции по кварцевому капилляру в электролите под воздействием электрического поля с последующей регистрацией кондуктометрическим детектором.

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Система капиллярного электрофореза с диапазоном измерения рабочего напряжения от –30 до 30 кВ, системой поддержания рабочей температуры капилляра, оснащенной кварцевым капилляром длиной не менее 150 см и внутренним диаметром 50 мкм, кондуктометрическим детектором и электронно-вычислительной машиной (компьютером) со специальным программным обеспечением для обработки электрофореграмм (далее — прибор).

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Электролит, приготовленный по А.3 (приложение А).

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом 1 — 5 см³ [1].

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом 0,1 — 1 см³ [1].

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом 0,005 — 0,05 см³ [1].

Фильтры целлюлозно-ацетатные или бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры Шота, размером пор 0,45 мкм.

Емкости из полимерного материала с плотно завинчивающимися крышками вместимостью 20, 50, 100, 1000 см³, подготовленные по ГОСТ Р 51592.

Виалы из полимерного материала вместимостью 2 см³.

Колбы мерные 1(2)-25 (50, 100, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Кислота уксусная, х.ч. по ГОСТ 61.

Аммоний хлористый, х.ч. по ГОСТ 3773.

Барий хлорид 2-водный, х.ч. по ГОСТ 4108.

Калий роданистый, х.ч. по ГОСТ 4139.

Стронций хлористый 6-водный, х.ч. по ГОСТ 4140.

Кальций азотнокислый 4-водный, х.ч. по ГОСТ 4142.

Калий сернокислый, х.ч. по ГОСТ 4145.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный, х.ч. по ГОСТ 4172.

Калий железистосинеродистый, х.ч. по ГОСТ 4207.

Магний хлористый 6-водный, х.ч. по ГОСТ 4209.

Калий азотнокислый, х.ч. по ГОСТ 4217.

Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233.

Калий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4234.

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

Кислота винная, х.ч. по ГОСТ 5817.

Кислота янтарная, х.ч. по ГОСТ 6341.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Кислота бензойная, х.ч. по ГОСТ 10521.

Кислота щавелевая, х.ч. по ГОСТ 22180.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Этаноламин гидрохлорид (Ethanolamine hydrochloride производства фирмы «Fluka»[1)], каталожный № 02415, с массовой долей основного вещества не менее 98 %).

Пропиламин гидрохлорид (Propylamine hydrochloride производства фирмы «Aldrich»[1)], каталожный № 242543, с массовой долей основного вещества не менее 99 %).

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

4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.3.1 Монтаж, наладку и вывод прибора на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

4.3.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *c* (NaOH) = = 1,0 моль/дм^3 для промывки капилляра

Навеску гидроокиси натрия массой 4,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 — 60 см^3 деионизованной воды и доводят объем раствора в колбе до метки деионизованной водой. Раствор хранят в емкости из полиэтилена с плотно завинчивающейся крышкой не более 2 мес.

4.3.3 Подготовка капилляра к работе

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством по эксплуатации системы капиллярного электрофореза.

Уровни жидкости в виалах с электролитом на входе и выходе капилляра должны быть одинаковыми, через каждые 10 анализов виалы на входе и выходе наполняют одинаковыми объемами свежего электролита по А.3 (приложение А).

Следят за уровнем жидкости в виалах для слива, не допускается перетекание жидкости из виалы для слива в прибор.

4.3.4 Ежедневная подготовка капилляра к работе

Перед началом работы капилляр промывают электролитом, приготовленным по А.3 (приложение А), в течение 30 мин, после чего контролируют стабильность градуировочной характеристики.

Если времена миграции определяемых ионов отличаются более чем на 5 % от градуировочных характеристик, капилляр промывают раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 4.3.2, затем электролитом, приготовленным по А.3 (приложение А) и снова проверяют стабильность градуировочных характеристик.

По окончании работы капилляр промывают раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 4.3.2, в течение 15 мин. После промывки концы капилляра опускают в виалы с деионизованной водой.

4.4 Приготовление градуировочных растворов

4.4.1 Приготовление градуировочных растворов смеси катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот для анализа водок, водок особых и воды для их приготовления проводят в соответствии с приложением Б.

4.5 Выполнение измерений

Измерения выполняют при следующих рабочих параметрах прибора:

напряжение . . . . . 28 — 30 кВ;
ввод пробы . . . . . гидродинамический;
детектирование . . . . . кондуктометрическое;
температура капилляра . . . . . 20 °С — 40 °С;
давление ввода пробы . . . . . 25 — 40 мБар;
время ввода пробы . . . . . 18 — 32 с;
время анализа . . . . . 20 — 25 мин;
электролит, приготовленный по А.3 (приложение А).

[1)] Информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение этаноламина и пропиламина указанных фирм.

Допускается проведение анализа в других условиях выполнения измерений, обеспечивающих разделение и последовательность выхода ионов, аналогичное приведенному на электрофореграмме рисунка 1.

4.6 Градуировка прибора

Прибор градуируют по градуировочным растворам методом абсолютной градуировки.

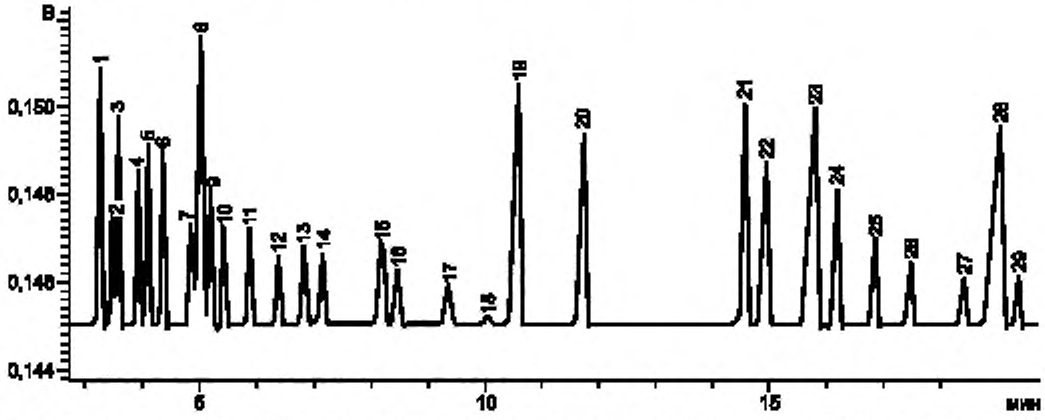
Градуировку прибора проводят после промывки капилляра в течение 20 мин электролитом, приготовленным по А.3 (приложение А).

Градуировку прибора выполняют, используя не менее двух градуировочных растворов, соответствующих началу и концу диапазона измеряемых концентраций. Записывают электрофореграммы анализа каждого градуировочного раствора. Регистрируют время миграции и площади пиков определяемых ионов. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая электрофореграмма анализа градуировочного раствора катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот приведена на рисунке 1.

Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения.

Прибор градуируют при смене капилляра, при использовании новой партии электролита, изменении рабочих параметров прибора.

Градуировку прибора выполняют не реже одного раза в неделю.



1 — хлориды; *2* — нитриты; *3* — нитраты; *4* — роданиды; *5* — сульфаты, *6* — оксалаты (щавелевая кислота); *7* — формиаты (муравьиная кислота); *8* — фториды; *9* — фумараты (фумаровая кислота);*10* — тартраты (винная кислота); *11* — малаты (яблочная кислота); *12* — цитраты (лимонная кислота); *13* — сукцинаты (янтарная кислота); *14* — гликоляты (гликолевая кислота); *15* — ацетаты (уксусная кислота); *16* — лактаты (молочная кислота), *17* — фосфаты; *18* — бензоаты (бензойная кислота), *19* — аммоний; *20* — калий; *21* — кальций; *22* — натрий; *23* — магний; *24* — марганец; *25* — стронций; *26* — этаноламин; *27* — пропиламин; *28* — литий; *29* — барий

Рисунок 1 — Электрофореграмма анализа градуировочного раствора катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот, полученная на системе капиллярного электрофореза Prin CEC 560[1)] (Нидерланды)

4.7 Анализ образца

Подготовленный образец (см. 3.2 и 3.4) помещают в устройство для ввода проб в прибор и проводят измерения в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора при рабочих параметрах, установленных по 4.5.

Регистрируют пики в области времени миграции, соответствующего каждому компоненту градуировочного раствора. Образец анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 (подраздел 3.14). Для количественного обсчета данных составляют калибровочный массив по методу абсолютной градуировки с учетом количества микропримесей, содержащихся в водно-спиртовом растворе этилового ректификованного спирта или деионизованной воде, на которых готовят градуировочные растворы.

[1)] Информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение прибора указанной фирмы.

Если измеренная концентрация анализируемых ионов превышает верхнюю границу диапазона измерений (см. таблицу 1), пробу разбавляют деионизованной водой, фиксируя множитель разбавления пробы.

4.8 Обработка результатов измерений

4.8.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящего в комплект системы капиллярного электрофореза персонального компьютера, в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Диапазоны измеряемых массовых концентраций катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности метода приведены в таблицах 1, 2.

Таблица 1

Определяемые ионы в воде	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм^3	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_{r}, %	Предел повторяемости r, % (P = 0,95, n = 2)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_{R_L} %	Границы относительной погрешности $\pm\delta$, % (P = 0,95)
Калий, литий, стронций, этаноламин, хлориды, сульфаты, фумараты	От 0,5 до 2,0 включ.	6	17	9	20
	Св. 2,0 до 20,0 включ.	5	14	7	15
Аммоний, натрий, кальций, магний, барий, нитриты, нитраты, роданиды, малаты, формиаты, тартраты, бензоаты, оксалаты	От 0,5 до 8,0 включ.	6	17	9	20
	Св. 8,0 до 20,0 включ.	5	14	7	15
Марганец	От 0,1 до 8,0 включ.	6	17	9	20
	Св. 8,0 до 20,0 включ.	5	14	7	15
Фториды	От 0,5 до 10,0 включ.	5	14	7	15
Ацетаты, лактаты, фосфаты, пропиламин, цитраты, гликоляты, сукцинаты	От 0,5 до 20,0 включ.	5	14	7	15

* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.

Таблица 2

Определяемые ионы в водке	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм³	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_r, %	Предел повторяемости r, % (P = 0,95, n = 2)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_R, %	Границы относительной погрешности $\pm\delta$, % (P = 0,95)
Магний, хлориды, нитриты, ацетаты, тартраты	От 0,5 до 2,0 включ.	6	17	9	20
	Св. 2,0 до 20,0 включ.	5	14	7	15
Аммоний, калий, натрий, малаты, стронций, литий, барий, этаноламин, пропиламин, оксалаты, цитраты, гликоляты, лактаты, бензоаты, фумараты, кальций	От 0,5 до 8,0 включ.	6	17	9	20
	Св. 8,0 до 20,0 включ.	5	14	7	15
Марганец	От 0,1 до 8,0 включ.	6	17	9	20
	Св. 8,0 до 20,0 включ.	5	14	7	15
Фториды	От 0,5 до 10,0 включ.	6	17	9	20
Сукцинаты, фосфаты, роданиды, сульфаты, формиаты, нитраты	От 0,5 до 20,0 включ.	5	14	7	15

* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.

4.8.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации i-го иона, полученного в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле

$$\frac{2|C_{i} - C_{i2}|100}{(C_{i1} + C_{i2})} \le r_{i}, \qquad (1)$$

где 2 — число параллельных определений;

C_{i1}, C_{i2} — результаты параллельных определений содержания i-го иона в анализируемой пробе, мг/дм³;

100 — множитель для пересчета в проценты;

r_i — предел повторяемости (см. таблицу 1) i-го иона, %.

Если условие (1) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 4.7.

4.8.3 Результат анализа представляют в виде:

$$C_{icp}, \text{ мг/дм}^3;\ P = 0{,}95;\ \pm\delta\ \%,$$

где C_{icp} — среднеарифметическое значение n результатов измерений массовой концентрации i-го иона, признанных приемлемыми, мг/дм³;

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 1).

Результаты определения массовых концентраций указывают с округлением до двух значащих цифр.

4.9 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

4.9.1 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы по 3.3 и 3.4, оставленные на хранение.

4.9.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях в соответствии с 4.7 и 4.8, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{i0,95}$ по формуле

$$|C_{icp1} - C_{icp2}| \le CD_{i0,95}, \quad (2)$$

где C_{icp1}, C_{icp2} — среднеарифметические значения массовой концентрации i-го иона, полученные в первой и второй лабораториях по 4.8, мг/дм^3;

$CD_{i0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации i-го иона, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$CD_{i0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot C_{icp\,1,2} \sqrt{\sigma_{Ri}^2 - \sigma_{ri}^2/2}, \quad (3)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 4.1.2);

0,01 — множитель для перехода от процентов к абсолютным значениям;

σ_{Ri} — показатели воспроизводимости (см. таблицу 1) i-го иона, %;

σ_{ri} — показатели повторяемости (см. таблицу 1) i-го иона, %;

$C_{icp1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения массовой концентрации i-го иона, полученных в первой и второй лабораториях, мг/дм^3:

$$C_{i\,cp1,2} = \frac{C_{i\,cp\,1} + C_{i\,cp\,2}}{2}. \quad (4)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3). При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.4).

5 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3) с применением контрольных карт Шухарта [примеры их построения приведены в ГОСТ Р 51698 (приложение В)].

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Периодичность и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть установлены в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

Рекомендуется устанавливать один контролируемый период в квартал с продолжительностью 20 — 30 дней. В пределах контролируемого периода измерения проводят ежедневно. Получают не менее 20 результатов контрольных измерений для построения контрольных карт Шухарта.

6 Требования безопасности

При работе на системе капиллярного электрофореза следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования к пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

К работе на системе капиллярного электрофореза допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие навыками проведения анализа методом капиллярного электрофореза и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

Приложение А
(обязательное)

Приготовление рабочего раствора электролита для определения массовой концентрации катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот для анализа водок, водок особых и воды для их приготовления

А.1 Реактивы и материалы

Гистидин (HIS) (L-Histidine производства фирмы «Fluka», каталожный № 53320, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Морфолиноэтансульфоновая кислота моногидрат (MES) (2-Morpholinoethane- sulfonic acid Monohydrate производства фирмы «Fluka», каталожный № 69890, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

18-Краун-6 эфир (18-Crown-6) (18-Crown-6 производства фирмы «Fluka», каталожный № 07673, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Тритон X-100 (Triton X-100 производства фирмы «Fluka» каталожный № 93426, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Весы лабораторные, колбы мерные, пипетки, фильтры, вода деионизованная по 4.2.

Емкости из полимерного материала с плотно завинчивающимися крышками вместимостью 20, 500, 1000 $см^3$, подготовленные по ГОСТ Р 51592.

Виалы из полимерного материала вместимостью 2 $см^3$.

Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 1 — 5 $см^3$ [1].

Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 0,1 —1 $см^3$ [1].

Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 0,005 — 0,050 $см^3$ [1].

Допускается применение других реактивов, материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

А.2 Приготовление исходных растворов

А.2.1 Приготовление раствора 18-Crown-6 молярной концентрации 0,04 моль/$дм^3$

Навеску 18-Crown-6 массой 10,573 г помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в 500 — 600 $см^3$ деионизованной воды, доводят объем раствора в колбе до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения — не более одного года.

А.2.2 Приготовление раствора HIS молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$

Навеску HIS массой 31,032 г помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в 500 — 600 $см^3$ деионизованной воды, доводят объем раствора в колбе до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения — не более 3 мес.

А.2.3 Приготовление раствора MES молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$

Навеску MES массой 42,65 г помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в 500 — 600 $см^3$ деионизованной воды, доводят объем раствора в колбе до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения — не более 3 мес.

А.2.4 Приготовление раствора Triton X-100 объемной долей вещества 1 %

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 250 — 300 $см^3$ деионизованной воды и вносят микродозатором вместимостью 1 — 5 $см^3$ 5 $см^3$ Triton X-100. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения — не более 6 мес.

А.3 Приготовление рабочего раствора электролита

В емкость из полимерного материала микродозатором вместимостью 1 — 5 $см^3$ вносят 3 $см^3$ раствора MES, приготовленного по А.2.3; микродозатором вместимостью 0,01 — 1,0 $см^3$ вносят 0,75 $см^3$ раствора HIS, приготовленного по А.2.2; 0,025 $см^3$ раствора 18-Crown-6, приготовленного по А.2.1; 0,025 $см^3$ раствора Triton X-100, приготовленного по А.2.4, и вносят 0,75 $см^3$ деионизованной воды.

Полученную смесь интенсивно перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор не более 0,45 мкм. Рабочий раствор электролита хранят в плотно закрытых емкостях из полимерного материала. Срок хранения — не более 8 ч.

---

[1] Указанные реактивы являются рекомендуемыми к применению. Эта информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает их обязательное применение. Допускаются к использованию аналогичные реактивы других изготовителей, предназначенные для целей описываемого метода.

Приложение Б
(обязательное)

Методика приготовления градуировочных растворов катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот для анализа водок, водок особых и воды для их приготовления

Б.1 Реактивы и материалы

Межгосударственный стандартный образец состава водного раствора ионов: роданидов — МСО 0533:2003.

Государственные стандартные образцы состава водных растворов элементов по ГОСТ 8.315.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водного раствора ионов с аттестованными значениями массовой концентрации 1 г/дм^3 и относительной погрешностью не более 1 % при P = 0,95:

- сульфатов — ГСО 6393—93;
- хлоридов — ГСО 6687—93;
- нитратов — ГСО 6696—93;
- фосфатов — ГСО 7021—93,
- бария — ГСО 7760—2000;
- марганца — ГСО 7762—2000;
- магния — ГСО 7767—2000;
- калия — ГСО 7771—2000;
- кальция — ГСО 7772—2000;
- натрия — ГСО 7775—2000;
- лития — ГСО 7780—2000;
- стронция — ГСО 7783—2000;
- аммония — ГСО 7786—2000;
- фторидов — ГСО 7789—2000;
- нитритов — ГСО 7792—2000.

При отсутствии ГСО допускается использование градуировочных растворов, приготовленных в соответствии с приложением Б (Б.4 — Б.9.2.2).

Примечание — Вместо ГСО состава водных растворов индивидуальных элементов допускается использовать многокомпонентные ГСО состава водных растворов элементов. При отсутствии в государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов необходимых ГСО допускается использовать аттестованные смеси элементов.

Формиат натрия (Sodium formate производства фирмы «Fluka», каталожный № 71541, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота щавелевая (Oxalic acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 33506, с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %)[1].

Кислота винная (Tartaric acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 95309, с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %)[1].

Кислота лимонная (моногидрат) (Citric acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 27490, с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %)[1].

Кислота гликолевая (Glycolic acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 50590, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Лактат лития (Litium Lactate производства фирмы «Fluka», каталожный № 62556, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Кислота бензойная (Benzoic acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 12349, с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %)[1].

Кислота янтарная (Succinic acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 14079, с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %)[1].

Кислота яблочная (Malic acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 02308, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Кислота фумаровая (Fumaric acid производства фирмы «Fluka», каталожный № 47900, с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %)[1].

[1] Указанные реактивы являются рекомендуемыми к применению. Информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает их обязательное применение. Допускаются к использованию аналогичные реактивы других изготовителей, предназначенные для целей описываемого метода.

Этаноламин гидрохлорид (Ethanolamine hydrochloride производства фирмы «Fluka», каталожный № 02415, с содержанием основного вещества не менее 98 %)[1].

Пропиламин гидрохлорид (Propylamine hydrochloride производства фирмы «Aldrich», каталожный № 242543, с массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % готовят из этилового ректификованного спирта из пищевого сырья и деионизованной воды.

Колбы мерные, пипетки, вода деионизованная по 4.2.

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом 1—5 $см^3$.

Фильтры целлюлозно-ацетатные или бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры Шота, размером пор 0,45 мкм.

Емкости из полимерного материала с плотно завинчивающимися крышками вместимостью 20, 50, 100, 1000 $см^3$, подготовленные по ГОСТ Р 51592.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

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

Б.2 Приготовление градуировочных растворов катионов из ГСО

Б.2.1 Приготовление исходного градуировочного раствора массовой концентрации катионов 100 мг/$дм^3$

Приготовление исходного градуировочного раствора массовой концентрации катионов 100 мг/$дм^3$ проводят в соответствии с инструкцией по применению ГСО из государственных стандартных образцов состава раствора ионов массовой концентрации 1 мг/$см^3$: аммония — ГСО 7786, калия — ГСО 7771, натрия — ГСО 7775, магния — ГСО 7767, кальция — ГСО 7772, стронция — ГСО 7783, лития — ГСО 7780, бария — ГСО 7760, марганца — ГСО 7762.

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ микродозатором вместимостью 1—5 $см^3$ переносят по 5 $см^3$ ГСО соответствующих ионов. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в исходном градуировочном растворе:

- аммония — 100 мг/$дм^3$,
- калия — 100 мг/$дм^3$,
- натрия — 100 мг/$дм^3$,
- магния — 100 мг/$дм^3$,
- кальция — 100 мг/$дм^3$,
- стронция — 100 мг/$дм^3$,
- лития — 100 мг/$дм^3$,
- бария — 100 мг/$дм^3$,
- марганца — 100 мг/$дм^3$.

Исходный градуировочный раствор хранят в емкости из полимерного материала. Срок хранения — не более 3 мес.

Б.2.2 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации катионов 10 мг/$дм^3$

Б.2.2.1 Градуировочная смесь для анализа воды

5 $см^3$ исходного раствора массовой концентрации катионов 100 мг/$дм^3$, приготовленного по Б.2.1, микродозатором вместимостью 5 $см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 10 мг/$дм^3$,
- калия — 10 мг/$дм^3$,
- натрия — 10 мг/$дм^3$,
- магния — 10 мг/$дм^3$,
- кальция — 10 мг/$дм^3$,
- стронция — 10 мг/$дм^3$,
- лития — 10 мг/$дм^3$,
- бария — 10 мг/$дм^3$,
- марганца — 10 мг/$дм^3$.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

---

[1] Указанные реактивы являются рекомендуемыми к применению. Информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает их обязательное применение. Допускаются к использованию аналогичные реактивы других изготовителей, предназначенные для целей описываемого метода.

Б.2.2.2 Градуировочная смесь для анализа водки

5 см^3 исходного раствора массовой концентрации катионов 100 мг/дм^3, приготовленного по Б.2.1, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 10 мг/дм^3,
- калия — 10 мг/дм^3,
- натрия — 10 мг/дм^3,
- магния — 10 мг/дм^3,
- кальция — 10 мг/дм^3,
- стронция — 10 мг/дм^3,
- лития — 10 мг/дм^3,
- бария — 10 мг/дм^3,
- марганца — 10 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.2.3 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации катионов 1 мг/дм^3

Б.2.3.1 Градуировочная смесь для анализа воды

5 см^3 градуировочного раствора массовой концентрации катионов 10 мг/дм^3, приготовленного по Б.2.2.1, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 1 мг/дм^3,
- калия — 1 мг/дм^3,
- натрия — 1 мг/дм^3,
- магния — 1 мг/дм^3,
- кальция — 1 мг/дм^3,
- стронция — 1 мг/дм^3,
- лития — 1 мг/дм^3,
- бария — 1 мг/дм^3,
- марганца — 1 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.2.3.2 Градуировочная смесь для анализа водки

5 см^3 градуировочного раствора массовой концентрации катионов 10 мг/дм^3 . приготовленного по Б.2.2.2, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 1 мг/дм^3,
- калия — 1 мг/дм^3,
- натрия — 1 мг/дм^3,
- магния — 1 мг/дм^3,
- кальция — 1 мг/дм^3,
- стронция — 1 мг/дм^3,
- лития — 1 мг/дм^3,
- бария — 1 мг/дм^3,
- марганца — 1 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.3 Приготовление градуировочных растворов анионов неорганических кислот из ГСО

Б.3.1 Приготовление исходного градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 100 мг/дм^3

Приготовление исходного градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 100 мг/дм^3 проводят в соответствии с инструкцией по применению ГСО из государственных стандартных образцов состава раствора ионов массовой концентрации 1 мг/см^3: хлоридов — ГСО 6687, нитритов — ГСО 7792, нитратов — ГСО 6696, роданидов — МСО 0533, фторидов — ГСО 7789, фосфатов — ГСО 7021, сульфатов — ГСО 6693.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят по 5 см^3 ГСО соответствующих ионов. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических кислот в исходном растворе:

- хлоридов — 100 мг/дм^3,
- нитритов — 100 мг/дм^3,

- нитратов — 100 мг/дм^3,
- роданидов — 100 мг/дм^3,
- фторидов — 100 мг/дм^3,
- фосфатов — 100 мг/дм^3,
- сульфатов — 100 мг/дм^3.

Исходный градуировочный раствор хранят в емкости из полимерного материала. Срок хранения — не более 3 мес.

Б.3.2 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 10 мг/дм^3

Б.3.2.1 Градуировочная смесь для анализа воды

5 см^3 исходного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 100 мг/дм^3, приготовленного по Б.3.1, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 10 мг/дм^3,
- нитритов — 10 мг/дм^3,
- нитратов — 10 мг/дм^3,
- роданидов — 10 мг/дм^3,
- фторидов — 10 мг/дм^3,
- фосфатов — 10 мг/дм^3,
- сульфатов — 10 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.3.2.2 Градуировочная смесь для анализа водки

5 см^3 исходного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 100 мг/дм^3, приготовленного по Б.3.1, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 10 мг/дм^3,
- нитритов — 10 мг/дм^3,
- нитратов — 10 мг/дм^3,
- роданидов — 10 мг/дм^3,
- фторидов — 10 мг/дм^3,
- фосфатов — 10 мг/дм^3,
- сульфатов — 10 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.3.3 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 1 мг/дм^3

Б.3.3.1 Градуировочная смесь для анализа воды

5 см^3 градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 10 мг/дм^3, приготовленного по Б.3.2.1, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 1 мг/дм^3,
- нитритов — 1 мг/дм^3,
- нитратов — 1 мг/дм^3,
- роданидов — 1 мг/дм^3,
- фторидов — 1 мг/дм^3,
- фосфатов — 1 мг/дм^3,
- сульфатов — 1 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.3.3.2 Градуировочная смесь для анализа водки

5 см^3 градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических кислот 10 мг/дм^3, приготовленного по Б.3.2.2, микродозатором вместимостью 1—5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 1 мг/дм^3,
- нитритов — 1 мг/дм^3,
- нитратов — 1 мг/дм^3,

- роданидов — 1 мг/дм^3,
- фторидов — 1 мг/дм^3,
- фосфатов — 1 мг/дм^3,
- сульфатов — 1 мг/дм^3.

Срок хранения раствора — не более 8 ч.

Б.4 Приготовление исходных растворов катионов аммония, калия, натрия, кальция, магния, марганца, стронция, лития, бария при отсутствии ГСО

Исходные растворы катионов готовят из веществ массовой долей основного вещества не менее 98 % по ГОСТ 4212 растворением навесок соответствующих солей в мерных колбах с доведением объемов до меток деионизованной водой для анализа воды и водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % — для анализа водки.

Б.4.1 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов аммония 1,00 г/дм^3

Б.4.1.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли хлористого аммония массой 2,965 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.1.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.1.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.2 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов калия 1,00 г/дм^3

Б.4.2.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли хлористого калия 1,910 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.2.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.2.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.3 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов натрия 1,00 г/дм^3

Б.4.3.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли натрия хлористого 2,542 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.3.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.3.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.4 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов кальция 1,00 г/дм^3

Б.4.4.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли нитрата кальция 2,542 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.4.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.4.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.5 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов магния 1,00 г/дм^3

Б.4.5.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли сернокислого 7-водного магния массой 10,140 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.5.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.5.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.6 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов марганца 1,00 г/дм^3

Б.4.6.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли сернокислого 5-водного марганца массой 4,388 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.6.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.6.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.7 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов стронция 1,00 г/дм^3

Б.4.7.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли нитрата стронция массой 2,050 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.7.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.7.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.8 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов лития 1,00 г/дм^3

Б.4.8.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли углекислого лития массой 0,532 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.8.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.8.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.4.9 Приготовление исходного раствора массовой концентрации катионов бария 1,00 г/дм^3

Б.4.9.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли хлористого 2-водного бария массой 1,778 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.4.9.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.4.9.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Исходные растворы катионов хранят в емкостях из полимерного материала. Срок хранения — не более одного года.

Б.4.10 Градуировочные растворы готовят из исходных растворов ионов, приготовленных согласно Б.4.1 — Б.4.9.2. Процедура приготовления — по Б.8.

Б.5 Приготовление исходных растворов анионов неорганических кислот хлоридов, нитритов, нитратов, роданидов, сульфатов, фторидов, фосфатов при отсутствии ГСО

Исходные растворы анионов неорганических кислот готовят из чистых веществ массовой долей основного вещества не менее 98 % по ГОСТ 4212 растворением навесок соответствующих солей в мерных колбах с доведением объемов до меток деионизованной водой для анализа воды и водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % для анализа водки.

Б.5.1 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов хлоридов 1,00 г/дм^3

Б.5.1.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли хлористого натрия массой 1,648 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.1.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.1.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.5.2 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов нитритов 1,00 г/дм^3

Б.5.2.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли азотистокислого натрия массой 1,500 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.2.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.2.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.5.3 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов нитратов 1,00 г/дм^3

Б.5.3.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли азотнокислого калия массой 1,630 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.3.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.3.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.5.4 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов роданидов 1,00 г/дм^3

Б.5.4.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли роданистого калия массой 1,673 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.4.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.4.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.5.5 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов сульфатов 1,00 г/дм^3

Б.5.5.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли сернокислого азотнокислого натрия массой 1,479 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.5.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.5.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.5.6 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов фторидов 1,00 г/дм^3

Б.5.6.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли фтористого натрия массой 2,210 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.6.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.6.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.5.7 Приготовление исходного раствора массовой концентрации анионов фосфатов 1,00 г/дм^3

Б.5.7.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли фосфорнокислого калия массой 1,433 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.5.7.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.5.7.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Исходные растворы анионов хранят в емкостях из полимерного материала. Срок хранения — не более одного года.

Б.5.8 Градуировочные растворы готовят из исходных растворов ионов, приготовленных согласно Б.5.1 — Б.5.6.2. Процедура приготовления — по Б.9.

Б.6 Приготовление исходных растворов анионов органических кислот: формиатов, ацетатов, оксалатов, тартратов, малатов, цитратов, гликолятов, лактатов, бензоатов, сукцинатов, фумаратов при отсутствии ГСО

Исходные растворы анионов органических кислот готовят из чистых веществ массовой долей основного вещества не менее 98 % по ГОСТ 4212 растворением навесок соответствующих солей в мерных колбах с доведением объемов до меток деионизованной водой для анализа воды и водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % для анализа водки.

Б.6.1 Приготовление исходного раствора массовой концентрации формиатов 1,00 г/дм^3

Б.6.1.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли формиата натрия массой 1,433 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.1.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.1.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.2 Приготовление исходного раствора массовой концентрации ацетатов 1,00 г/дм^3

Б.6.2.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли уксуснокислого натрия массой 1,433 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.2.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.2.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.3 Приготовление исходного раствора массовой концентрации оксалатов 1,00 г/дм^3

Б.6.3.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску щавелевой кислоты массой 1,400 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.3.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.3.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.4 Приготовление исходного раствора массовой концентрации тартратов 1,00 г/дм^3

Б.6.4.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску винной кислоты массой 1,000 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.4.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.4.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.5 Приготовление исходного раствора массовой концентрации малатов 1,00 г/дм^3

Б.6.5.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску яблочной кислоты массой 1,000 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.5.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.5.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.6 Приготовление исходного раствора массовой концентрации цитратов 1,00 г/дм^3

Б.6.6.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску лимонной кислоты (моногидрат) массой 1,097 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.6.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.6.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.7 Приготовление исходного раствора массовой концентрации гликолятов 1,00 г/дм^3

Б.6.7.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску гликолевой кислоты массой 1,000 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.7.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.7.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.8 Приготовление исходного раствора массовой концентрации лактатов 1,00 г/дм^3

Б.6.8.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску лактата натрия массой 1,066 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.8.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.8.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.9 Приготовление исходного раствора массовой концентрации бензоатов 1,00 г/дм^3

Б.6.9.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску бензойной кислоты массой 1,000 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.9.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.9.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.10 Приготовление исходного раствора массовой концентрации сукцинатов 1,00 г/дм^3

Б.6.10.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску янтарной кислоты массой 1,000 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.10.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.10.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.6.11 Приготовление исходного раствора массовой концентрации фумаратов 1,00 г/дм^3

Б.6.11.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску фумаровой кислоты массой 1,000 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.6.11.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.6.11.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Исходные растворы анионов органических кислот: формиатов, ацетатов, оксалатов, тартратов, малатов, цитратов, гликолятов, лактатов, бензоатов, сукцинатов, фумаратов хранят в емкостях из полимерного материала. Срок хранения — не более 3 мес.

Б.6.12 Градуировочные растворы готовят из исходных растворов ионов, приготовленных согласно Б.6.1 — Б.6.11.2. Процедура приготовления — по Б.9.

Б.7 Приготовление исходных растворов аминов: этаноламина, пропиламина при отсутствии ГСО

Аттестованные растворы аминов готовят из чистых веществ массовой долей основного вещества не менее 98 % по ГОСТ 4212 растворением навесок соответствующих солей в мерных колбах с доведением объемов до меток деионизованной водой для анализа воды и водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % для анализа водки.

Б.7.1 Приготовление исходного раствора массовой концентрации этаноламина 1,00 г/дм^3

Б.7.1.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли этаноламина массой 1,597 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.7.1.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.7.1.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Б.7.2 Приготовление исходного раствора массовой концентрации пропиламина 1,00 г/дм^3

Б.7.2.1 Для анализа воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят через воронку навеску соли пропиламина массой 1,617 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.7.2.2 Для анализа водок

Процедуру приготовления проводят по Б.7.2.1, используя в качестве растворителя водно-спиртовой раствор объемной долей этилового ректификованного спирта 40 %.

Исходные растворы аминов: этаноламина, пропиламина хранят в емкостях из полимерного материала. Срок хранения — не более одного года.

Б.7.3 Градуировочные растворы готовят из исходных растворов ионов, приготовленных согласно Б.7.1 — Б.7.2.2. Процедура приготовления — по Б 8.

Б.8 Приготовление градуировочных растворов катионов и аминов из исходных растворов

Б.8.1 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации катионов и аминов 10 мг/дм^3 из исходных растворов

Б.8.1.1 Градуировочная смесь для анализа воды

По 5 см^3 исходных растворов массовой концентрации катионов и аминов 1000 мг/дм^3, приготовленных по Б.4 и Б.7, микродозатором вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 10 мг/дм^3,
- калия — 10 мг/дм^3,
- натрия — 10 мг/дм^3,
- магния — 10 мг/дм^3,
- кальция — 10 мг/дм^3,
- стронция — 10 мг/дм^3,
- лития — 10 мг/дм^3,
- бария — 10 мг/дм^3,
- марганца — 10 мг/дм^3,
- этаноламина — 10 мг/дм^3,
- пропиламина — 10 мг/дм^3.

Б.8.1.2 Градуировочная смесь для анализа водки

По 5 см^3 исходных растворов массовой концентрации катионов и аминов 1000 мг/дм^3, приготовленных по Б.4 и Б.7, микродозатором вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 10 мг/дм^3,

- калия — 10 мг/дм^3,
- натрия — 10 мг/дм^3,
- магния — 10 мг/дм^3,
- кальция — 10 мг/дм^3,
- стронция — 10 мг/дм^3,
- лития — 10 мг/дм^3,
- бария — 10 мг/дм^3,
- марганца — 10 мг/дм^3,
- этаноламина — 10 мг/дм^3,
- пропиламина — 10 мг/дм^3.

Б.8.2 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации катионов и аминов 1 мг/дм^3

Б.8.2.1 Градуировочная смесь для анализа воды

5 см^3 градуировочного раствора массовой концентрации катионов и аминов 10 мг/дм^3, приготовленного по Б.8.1.1, микродозатором вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 1 мг/дм^3,
- калия — 1 мг/дм^3,
- натрия — 1 мг/дм^3,
- магния — 1 мг/дм^3,
- кальция — 1 мг/дм^3,
- стронция — 1 мг/дм^3,
- лития — 1 мг/дм^3,
- бария — 1 мг/дм^3,
- марганца — 1 мг/дм^3,
- этаноламина — 1 мг/дм^3,
- пропиламина — 1 мг/дм^3.

Б.8.2.2 Градуировочная смесь для анализа водки

5 см^3 градуировочного раствора массовой концентрации катионов и аминов 10 мг/дм^3, приготовленного по Б.8.1.2, микродозатором вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация катионов в градуировочном растворе:

- аммония — 1 мг/дм^3,
- калия — 1 мг/дм^3,
- натрия — 1 мг/дм^3,
- магния — 1 мг/дм^3,
- кальция — 1 мг/дм^3,
- стронция — 1 мг/дм^3,
- лития — 1 мг/дм^3,
- бария — 1 мг/дм^3,
- марганца — 1 мг/дм^3,
- этаноламина — 1 мг/дм^3,
- пропиламина — 1 мг/дм^3.

Б.9 Приготовление градуировочных растворов анионов органических и неорганических кислот из исходных растворов

Б.9.1 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических и органических кислот 10 мг/дм^3 из исходных растворов

Б.9.1.1 Градуировочная смесь для анализа воды

По 5 см^3 исходных растворов массовой концентрации анионов неорганических и органических кислот 1000 мг/дм^3, приготовленных по Б.5 и Б.6, микродозатором вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических и органических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 10 мг/дм^3,
- нитритов — 10 мг/дм^3,
- нитратов — 10 мг/дм^3,
- роданидов — 10 мг/дм^3,
- фторидов — 10 мг/дм^3,
- фосфатов — 10 мг/дм^3,
- сульфатов — 10 мг/дм^3,

- формиатов — 10 мг/дм³,
- ацетатов — 10 мг/дм³,
- оксалатов — 10 мг/дм³,
- тартратов — 10 мг/дм³,
- цитратов — 10 мг/дм³,
- гликолятов — 10 мг/дм³,
- лактатов — 10 мг/дм³,
- бензоатов — 10 мг/дм³,
- сукцинатов — 10 мг/дм³,
- фумаратов — 10 мг/дм³,
- малатов — 10 мг/дм³.

Б.9.1.2 Градуировочная смесь для анализа водки

По 5 см³ исходных растворов массовой концентрации анионов неорганических и органических кислот 1000 мг/дм³, приготовленных по Б.5 и Б.6, микродозатором вместимостью 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических и органических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 10 мг/дм³,
- нитритов — 10 мг/дм³,
- нитратов — 10 мг/дм³,
- роданидов — 10 мг/дм³,
- фторидов — 10 мг/дм³,
- фосфатов — 10 мг/дм³,
- сульфатов — 10 мг/дм³,
- формиатов — 10 мг/дм³,
- ацетатов — 10 мг/дм³,
- оксалатов — 10 мг/дм³,
- тартратов — 10 мг/дм³,
- цитратов — 10 мг/дм³,
- гликолятов — 10 мг/дм³,
- лактатов — 10 мг/дм³,
- бензоатов — 10 мг/дм³,
- сукцинатов — 10 мг/дм³,
- фумаратов — 10 мг/дм³,
- малатов — 10 мг/дм³.

Б.9.2 Приготовление градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических и органических кислот 1 мг/дм³

Б.9.2.1 Градуировочная смесь для анализа воды

5 см³ градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических и органических кислот 10 мг/дм³, приготовленного по Б.9.1.1, микродозатором вместимостью 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических и органических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 1 мг/дм³,
- нитритов — 1 мг/дм³,
- нитратов — 1 мг/дм³,
- роданидов — 1 мг/дм³,
- фторидов — 1 мг/дм³,
- фосфатов — 1 мг/дм³,
- сульфатов — 1 мг/дм³,
- формиатов — 1 мг/дм³,
- ацетатов — 1 мг/дм³,
- оксалатов — 1 мг/дм³,
- тартратов — 1 мг/дм³,
- цитратов — 1 мг/дм³,
- гликолятов — 1 мг/дм³,
- лактатов — 1 мг/дм³,
- бензоатов — 1 мг/дм³,
- сукцинатов — 1 мг/дм³,
- фумаратов — 1 мг/дм³,
- малатов — 1 мг/дм³.

Б.9.2.2 Градуировочная смесь для анализа водки

5 $см^3$ градуировочного раствора массовой концентрации анионов неорганических и органических кислот 10 $мг/дм^3$, приготовленного по Б.9.1.2, микродозатором вместимостью 5 $см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят содержимое колбы до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 40 % и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация анионов неорганических и органических кислот в градуировочном растворе:

- хлоридов — 1 $мг/дм^3$,
- нитритов — 1 $мг/дм^3$,
- нитратов — 1 $мг/дм^3$,
- роданидов — 1 $мг/дм^3$,
- фторидов — 1 $мг/дм^3$,
- фосфатов — 1 $мг/дм^3$,
- сульфатов — 1 $мг/дм^3$,
- формиатов — 1 $мг/дм^3$,
- ацетатов — 1 $мг/дм^3$,
- оксалатов — 1 $мг/дм^3$,
- тартратов — 1 $мг/дм^3$,
- цитратов — 1 $мг/дм^3$,
- гликолятов — 1 $мг/дм^3$,
- лактатов — 1 $мг/дм^3$,
- бензоатов — 1 $мг/дм^3$,
- сукцинатов — 1 $мг/дм^3$,
- фумаратов — 1 $мг/дм^3$,
- малатов — 1 $мг/дм^3$.

Б.9.3 Градуировочные растворы, приготовленные по Б.8 и Б.9, используют в день приготовления.

Библиография

[1] Государственный реестр средств измерений, допущенных в Российской Федерации. Регистрационный номер 19847-00

УДК 663.5.543.06:006.354 ОКС 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9109 9209

Ключевые слова: водки, водки особые, вода, метод капиллярного электрофореза, катионы: аммоний, калий, натрий, кальций, магний, марганец, стронций, литий барий; амины: этаноламин, пропиламин; анионы неорганических кислот: хлориды, нитриты, нитраты, роданиды, сульфаты, фториды, фосфаты; анионы органических кислот: формиаты, ацетаты, оксалаты, тартраты, малаты, цитраты, гликоляты, лактаты, бензоаты, сукцинаты, фумараты

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 02.09.2008. Подписано в печать 03.10.2008. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,90. Тираж 403 экз. Зак. 1175.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

Изменение № 1 ГОСТ Р 52930—2008 Водки, водки особые и вода для их приготовления. Определение массовой концентрации катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот методом капиллярного электрофореза

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.11.2012 № 1427-ст

Дата введения — 2013—07—01

Содержание. Наименование раздела 5 после слова «измерений» дополнить словами: «при реализации методики»;

дополнить наименованием раздела 7: «7 Требования к условиям выполнения измерений».

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 12.1.019—79 на ГОСТ Р 12.1.019—2009, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 на ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009, ГОСТ Р 8.563—96 на ГОСТ Р 8.563—2009;

для ГОСТ Р 8.563—2009 заменить слово: «выполнения» на «(методы)»;

исключить ссылки: ГОСТ 4142—77, ГОСТ 4145—74, ГОСТ 4172—76, ГОСТ 4207—75, ГОСТ 24104—2001 и их наименования;

дополнить ссылками:

«ГОСТ 612—75 Реактивы. Марганец (II) хлористый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Раздел 3 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«3.1 Отбор проб для анализа водки — по ГОСТ Р 52472 (подразделы 4.5 и 4.6). Отбор проб для анализа воды — по ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593 (подразделы 4.1.7), используя емкости из полимерного материала.

3.2 Подготавливают образец водки или воды. Для этого из одной пробы водки или воды, отобранной по 3.1 и направленной в лабораторию для проведения измерений, в виалу вместимостью 2 $см^3$, предварительно ополоснутую испытуемым образцом, микродозатором вместимостью 1—5 $см^3$ вносят 1 $см^3$ образца.

3.3 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы (водки или воды), направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят образец водки или воды по 3.2.

3.4 При необходимости отделения взвесей в отобранных пробах их пропускают через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывая первую порцию фильтрата объемом 5—10 $см^3$.

3.5 Анализ образца водки или воды проводят по 4.7».

Пункт 4.2. Первый абзац. Заменить значение: «150 см» на «120 см»;

пятый — восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Микродозатор одноканальный с переменным объемом 1—5 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,1—1 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,005—0,05 $см^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 мкм»;

исключить абзацы:

«Кальций азотнокислый 4-водный, х.ч. по ГОСТ 4142.

Калий сернокислый, х.ч. по ГОСТ 4145.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный, х.ч. по ГОСТ 4172.

Калий железистосинеродистый, х.ч. по ГОСТ 4207»;

дополнить абзацами:

«Натрий азотистокислый, х.ч. по ГОСТ 4197.

Марганец (II) хлористый 4-водный, х.ч. по ГОСТ 612.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, х.ч. по ГОСТ 4198.

Натрий сернокислый, х.ч. по ГОСТ 4166»;

тридцать третий и тридцать четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Этаноламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Пропиламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.»;

сноску[1)] исключить.

Подпункт 4.3.3. Второй абзац. Заменить слова: «10 анализов» на «5 анализов».

Подпункт 4.3.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Перед началом работы капилляр промывают электролитом, приготовленным по А.3 (приложение А), в течение 20 мин»;

второй абзац исключить.

Пункт 4.4. Наименование после слова «**растворов**» дополнить словами: **«и электролита».**

Пункт 4.4 дополнить подпунктом — 4.4.2:

«4.4.2 Приготовление электролита проводят в соответствии с приложением А».

Пункт 4.5. Первый — восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Измерения выполняют при следующих рабочих параметрах прибора:

напряжение.....20 — 30 кВ

ввод пробы.....гидродинамический

детектирование.....кондуктометрическое

температура капилляра.....20 °С — 25 °С

давление ввода пробы.....25—40 мБар
время ввода пробы.....20 — 50 с
время анализа.....20—35 мин»;

девятый абзац исключить.

Пункт 4.6. Второй абзац после слов «Градуировку прибора проводят» дополнить словом: «ежедневно»;

шестой абзац исключить;

Рисунок 1. Подрисуночная подпись. Исключить слова: «полученная на системе капиллярного электрофореза Prin CEC 560[1)] (Нидерланды)»;

сноску[1)] исключить.

Пункт 4.7. Первый абзац. Заменить слова: «(см. 3.2 и 3.4)» на «(см. 3.2 и 3.3)»;

последний абзац. Заменить слова: «(см. таблицу 1)» на «(см. таблицы 1 и 2)».

Подпункт 4.8.1. Таблицы 1, 2. Головка. Заменить символ: «± δ, %» на «± δ_i, %».

Подпункт 4.8.2. Формула (1). Экспликация. Четвертый абзац. Заменить слова: «(см. таблицу 1)» на «(см. таблицы 1 и 2)».

Подпункт 4.8.3 изложить в новой редакции:

«4.8.3 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_{i\text{ср}} \pm \Delta_i \ (P = 0{,}95), \ \text{мг/дм}^3;$$

где $C_{i\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой концентрации *i*-го иона признанных приемлемыми, мг/дм^3;

$\pm \Delta_i$ — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации *i*-го иона, мг/дм^3.

Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации *i*-го иона $\pm \Delta_i$, мг/дм^3, рассчитывают по формулам:

для анализа воды: $\pm\Delta_i = \pm 0{,}01 \cdot \delta_i C_{i\text{ср}}$; (1а)

для анализа водки: $\pm\Delta_i = \pm 0{,}01 \cdot \delta_i C_{i\text{ср}}$, (1б)

где 0,01 — множитель для пересчета процентов в доли единицы;

$\pm \delta_i$ — границы относительной погрешности, %, (см. таблицы 1 и 2)».

Пункт 4.8 дополнить подпунктом — 4.8.4:

«4.8.4 Значения абсолютной погрешности должны содержать не более двух значащих цифр, при этом числовое значение результата измерений $C_{i\text{ср}}$ после округления должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории осуществляют, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и метод контроля стабильности показателя правильности по 6.2.4 или 6.2.5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта.

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности — по ГОСТ Р 51698 (приложение В).

Контроль стабильности показателя правильности результатов измерений проводят с использованием в качестве образца для контроля одного из образцов аттестованных градуировочных смесей, приготовленных по Б.8.1.1 или Б.8.1.2, не используемых для градуировки прибора.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности показателя правильности — по 6.2.4.3 или 6.2.5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

При одновременном контроле лабораторией водок и воды, используемой для их приготовления, построение карты Шухарта проводят только для одного из этих продуктов.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть установлены в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (приложение Б, пункт Б. 14)».

Стандарт дополнить разделом — 7:

«7 Требования к условиям выполнения измерений

Подготовку проб и измерения проводят в лабораторных условиях при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении от 84 до 106 кПа, относительной влажности воздуха от 30 % до 80 %, частоте переменного тока (50 ±1) Гц, напряжении в сети (220 ± 5) В».

Приложение А. Пункт А.1. Первый — четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Гистидин с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Морфолиноэтансульфоновая кислота моногидрат (МЭС) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

18-Краун-6 эфир с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Тритон Х-100 с массовой долей основного вещества не менее 99 %»;

восьмой — десятый абзацы изложить в новой редакции:

«Микродозатор одноканальный с переменным объемом 1—5 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,1—1 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,005 —0,05 $см^3$»;

сноску[1)] исключить.

Подпункт А.2.1. Наименование и первый абзац. Заменить слова: «18-Crown-6» на «18-Краун-6»;

подпункт А.2.2. Наименование и первый абзац. Заменить слово: «HIS» на «гистидин»;

подпункт А.2.3. Наименование и первый абзац. Заменить слово: «MES» на «МЭС»;

подпункт А.2.4. Наименование и первый абзац. Заменить слова: «Triton X-100» на «Тритон Х-100»;

Пункт А.3. Первый абзац. Заменить значение: «0,01—1,0 $см^3$» на «0,1—1,0 $см^3$»;

заменить слова: «MES» на «МЭС», «HIS» на «гистидина», «18-Crown-6» на «18-Краун-6», «Triton X-100» на «Тритон Х-100».

Приложение Б. Пункт Б.1 после примечания до абзаца «Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652» изложить в новой редакции:

«Формиат натрия с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота щавелевая с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота винная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота лимонная (моногидрат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота гликолевая с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Лактат лития с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота бензойная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота янтарная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота яблочная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота фумаровая с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этаноламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Пропиламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Весы по ГОСТ Р 53228»;

абзац «Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 1—5 $см^3$». Исключить слово: «САРР»;

абзац «Фильтры целлюлозно-ацетатные или бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры Шота, размером пор 0,45 мкм» изложить в новой редакции:

«Фильтры бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 мкм»;

сноску[1)] исключить.

Подпункт Б.4.5.1. Заменить слова «сернокислого 7-водного магния массой 10,140 г» на «хлористого магния 6-водного массой 8,365 г»;

подпункт Б.4.6.1. Заменить слова: «сернокислого 5-водного марганца массой 4,388 г» на «хлористого марганца 4-водного массой 3,602 г»;

подпункт Б.4.7.1. Заменить слова: «нитрата стронция массой 2,050 г» на «хлористого стронция 6-водного массой 3,043 г»;

подпункт Б.5.5.1. Исключить слово: «азотнокислого».

Библиографию исключить.

(ИУС № 2 2013 г.)

Изменение № 1 ГОСТ Р 52930—2008 Водки, водки особые и вода для их приготовления. Определение массовой концентрации катионов, аминов, анионов неорганических и органических кислот методом капиллярного электрофореза

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.11.2012 № 1427-ст

Дата введения — 2013—07—01

Содержание. Наименование раздела 5 после слова «измерений» дополнить словами: «при реализации методики»;

дополнить наименованием раздела 7: «7 Требования к условиям выполнения измерений».

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 12.1.019—79 на ГОСТ Р 12.1.019—2009, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 на ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009, ГОСТ Р 8.563—96 на ГОСТ Р 8.563—2009;

для ГОСТ Р 8.563—2009 заменить слово: «выполнения» на «(методы)»;

исключить ссылки: ГОСТ 4142—77, ГОСТ 4145—74, ГОСТ 4172—76, ГОСТ 4207—75, ГОСТ 24104—2001 и их наименования;

дополнить ссылками:

«ГОСТ 612—75 Реактивы. Марганец (II) хлористый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Раздел 3 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«3.1 Отбор проб для анализа водки — по ГОСТ Р 52472 (подразделы 4.5 и 4.6). Отбор проб для анализа воды — по ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593 (подразделы 4.1.7), используя емкости из полимерного материала.

3.2 Подготавливают образец водки или воды. Для этого из одной пробы водки или воды, отобранной по 3.1 и направленной в лабораторию для проведения измерений, в виалу вместимостью 2 $см^3$, предварительно ополоснутую испытуемым образцом, микродозатором вместимостью 1—5 $см^3$ вносят 1 $см^3$ образца.

3.3 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы (водки или воды), направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят образец водки или воды по 3.2.

3.4 При необходимости отделения взвесей в отобранных пробах их пропускают через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывая первую порцию фильтрата объемом 5—10 $см^3$.

3.5 Анализ образца водки или воды проводят по 4.7».

Пункт 4.2. Первый абзац. Заменить значение: «150 см» на «120 см»;

пятый — восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Микродозатор одноканальный с переменным объемом 1—5 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,1—1 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,005—0,05 $см^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 мкм»;

исключить абзацы:

«Кальций азотнокислый 4-водный, х.ч. по ГОСТ 4142.

Калий сернокислый, х.ч. по ГОСТ 4145.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный, х.ч. по ГОСТ 4172.

Калий железистосинеродистый, х.ч. по ГОСТ 4207»;

дополнить абзацами:

«Натрий азотистокислый, х.ч. по ГОСТ 4197.

Марганец (II) хлористый 4-водный, х.ч. по ГОСТ 612.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, х.ч. по ГОСТ 4198.

Натрий сернокислый, х.ч. по ГОСТ 4166»;

тридцать третий и тридцать четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Этаноламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Пропиламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.»;

сноску[1)] исключить.

Подпункт 4.3.3. Второй абзац. Заменить слова: «10 анализов» на «5 анализов».

Подпункт 4.3.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Перед началом работы капилляр промывают электролитом, приготовленным по А.3 (приложение А), в течение 20 мин»;

второй абзац исключить.

Пункт 4.4. Наименование после слова «**растворов**» дополнить словами: **«и электролита».**

Пункт 4.4 дополнить подпунктом — 4.4.2:

«4.4.2 Приготовление электролита проводят в соответствии с приложением А».

Пункт 4.5. Первый — восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Измерения выполняют при следующих рабочих параметрах прибора:

напряжение.....20 — 30 кВ

ввод пробы.....гидродинамический

детектирование.....кондуктометрическое

температура капилляра.....20 °С — 25 °С

давление ввода пробы.....25—40 мБар
время ввода пробы.....20 — 50 с
время анализа.....20—35 мин»;

девятый абзац исключить.

Пункт 4.6. Второй абзац после слов «Градуировку прибора проводят» дополнить словом: «ежедневно»;

шестой абзац исключить;

Рисунок 1. Подрисуночная подпись. Исключить слова: «полученная на системе капиллярного электрофореза Prin CEC 560[1)] (Нидерланды)»;

сноску[1)] исключить.

Пункт 4.7. Первый абзац. Заменить слова: «(см. 3.2 и 3.4)» на «(см. 3.2 и 3.3)»;

последний абзац. Заменить слова: «(см. таблицу 1)» на «(см. таблицы 1 и 2)».

Подпункт 4.8.1. Таблицы 1, 2. Головка. Заменить символ: «± δ, %» на «± δ_i, %».

Подпункт 4.8.2. Формула (1). Экспликация. Четвертый абзац. Заменить слова: «(см. таблицу 1)» на «(см. таблицы 1 и 2)».

Подпункт 4.8.3 изложить в новой редакции:

«4.8.3 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_{i\text{ср}} \pm \Delta_i \ (P = 0{,}95), \ \text{мг/дм}^3;$$

где $C_{i\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой концентрации *i*-го иона признанных приемлемыми, мг/дм^3;

$\pm \Delta_i$ — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации *i*-го иона, мг/дм^3.

Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации *i*-го иона $\pm \Delta_i$, мг/дм^3, рассчитывают по формулам:

для анализа воды: $\pm\Delta_i = \pm 0{,}01 \cdot \delta_i C_{i\text{ср}}$; (1а)

для анализа водки: $\pm\Delta_i = \pm 0{,}01 \cdot \delta_i C_{i\text{ср}}$, (1б)

где 0,01 — множитель для пересчета процентов в доли единицы;

$\pm \delta_i$ — границы относительной погрешности, %, (см. таблицы 1 и 2)».

Пункт 4.8 дополнить подпунктом — 4.8.4:

«4.8.4 Значения абсолютной погрешности должны содержать не более двух значащих цифр, при этом числовое значение результата измерений $C_{i\text{ср}}$ после округления должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории осуществляют, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и метод контроля стабильности показателя правильности по 6.2.4 или 6.2.5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта.

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности — по ГОСТ Р 51698 (приложение В).

Контроль стабильности показателя правильности результатов измерений проводят с использованием в качестве образца для контроля одного из образцов аттестованных градуировочных смесей, приготовленных по Б.8.1.1 или Б.8.1.2, не используемых для градуировки прибора.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности показателя правильности — по 6.2.4.3 или 6.2.5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

При одновременном контроле лабораторией водок и воды, используемой для их приготовления, построение карты Шухарта проводят только для одного из этих продуктов.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть установлены в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (приложение Б, пункт Б. 14)».

Стандарт дополнить разделом — 7:

«7 Требования к условиям выполнения измерений

Подготовку проб и измерения проводят в лабораторных условиях при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении от 84 до 106 кПа, относительной влажности воздуха от 30 % до 80 %, частоте переменного тока (50 ±1) Гц, напряжении в сети (220 ± 5) В».

Приложение А. Пункт А.1. Первый — четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Гистидин с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Морфолиноэтансульфоновая кислота моногидрат (МЭС) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

18-Краун-6 эфир с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Тритон Х-100 с массовой долей основного вещества не менее 99 %»;

восьмой — десятый абзацы изложить в новой редакции:

«Микродозатор одноканальный с переменным объемом 1—5 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,1—1 $см^3$.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,005 —0,05 $см^3$»;

сноску[1)] исключить.

Подпункт А.2.1. Наименование и первый абзац. Заменить слова: «18-Crown-6» на «18-Краун-6»;

подпункт А.2.2. Наименование и первый абзац. Заменить слово: «HIS» на «гистидин»;

подпункт А.2.3. Наименование и первый абзац. Заменить слово: «MES» на «МЭС»;

подпункт А.2.4. Наименование и первый абзац. Заменить слова: «Triton X-100» на «Тритон Х-100»;

Пункт А.3. Первый абзац. Заменить значение: «0,01—1,0 $см^3$» на «0,1—1,0 $см^3$»;

заменить слова: «MES» на «МЭС», «HIS» на «гистидина», «18-Crown-6» на «18-Краун-6», «Triton X-100» на «Тритон Х-100».

Приложение Б. Пункт Б.1 после примечания до абзаца «Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652» изложить в новой редакции:

«Формиат натрия с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота щавелевая с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота винная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота лимонная (моногидрат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота гликолевая с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Лактат лития с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота бензойная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота янтарная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота яблочная с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота фумаровая с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этаноламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Пропиламин гидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Весы по ГОСТ Р 53228»;

абзац «Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 1—5 $см^3$». Исключить слово: «САРР»;

абзац «Фильтры целлюлозно-ацетатные или бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры Шота, размером пор 0,45 мкм» изложить в новой редакции:

«Фильтры бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 мкм»;

сноску[1)] исключить.

Подпункт Б.4.5.1. Заменить слова «сернокислого 7-водного магния массой 10,140 г» на «хлористого магния 6-водного массой 8,365 г»;

подпункт Б.4.6.1. Заменить слова: «сернокислого 5-водного марганца массой 4,388 г» на «хлористого марганца 4-водного массой 3,602 г»;

подпункт Б.4.7.1. Заменить слова: «нитрата стронция массой 2,050 г» на «хлористого стронция 6-водного массой 3,043 г»;

подпункт Б.5.5.1. Исключить слово: «азотнокислого».

Библиографию исключить.

(ИУС № 2 2013 г.)

gost.e-ecolog.ru