ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53369— 2009

ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

Метод определения силикатов с применением ионной хроматографии

Издание официальное

БЗ 7—2009/358

Москва
Стандартинформ
2009

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 28 июля 2009 г. № 262-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 информационном 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, 2009

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
4 Методы отбора проб 2
5 Определение массовой концентрации силикат-ионов 3
6 Требования безопасности 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

Метод определения силикатов с применением ионной хроматографии

Vodkas and special vodkas.
Ion chromatography method for determination of silicates

Дата введения — 2010—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водки и водки особые (далее — продукт) и устанавливает определение массовой концентрации силикат-ионов методом высокоэффективной жидкостной ионной хроматографии. Диапазон измерений массовой концентрации силикат-ионов — от 0,5 до 10 мг/дм^3 (в пересчете на кремний).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ Р 51821—2001 Водки и водки особые. Метод определения массовой концентрации катионов калия, натрия, аммония, кальция, магния, стронция и анионов фторидов, хлоридов, нитратов, нитритов, фосфатов и сульфатов с применением ионной хроматографии

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

ГОСТ Р 52473—2005 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

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

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно- гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—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 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия.

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

ГОСТ 3639—79 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 24861—91 Шприцы инъекционные однократного применения
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 ежегодно 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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

3.1 Хроматограф жидкостный ионный, оснащенный:
- кондуктометрическим детектором с диапазоном 0—1000 мкСм/см;
- хроматографической аналитической колонкой, заполненной сорбентом: стирол-дивинилбензольной смолой с четвертичными аммониевыми группами (например, «HAMILTON PRP-X100» 4 × 125 мм);
- компьютером со специальным программным обеспечением для обработки хроматограмм.

3.2 Государственные стандартные образцы

3.2.1 МСО 0130:2000 (ГСО РМ-5 2298—89П) состава водного раствора силикат-ионов с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 г/дм^3 и относительной погрешностью не более 2 % (при P = 0,95);

3.2.2 МСО 0034:1998 (ГСО 6095—91) состава водного раствора фторид-ионов с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 г/дм^3 и относительной погрешностью не более 1 % (при P = 0,95).

3.3 Система дегазации: ультразвуковая ванна любой модели.

3.4 Фильтрующее устройство с фторопластовой микромембраной МФФКГ-3 с диаметром пор 0,45 мкм, обеспечивающее создание избыточного давления $P_{макс}$ = 2,5 бар.

3.5 Весы лабораторные любого типа, высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с дискретностью 0,1 мг по ГОСТ 24104.

3.6 Набор гирь (1—200 г)F_1 по ГОСТ 7328.

3.7 Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Бутыли (емкости) из полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой вместимостью 20, 50, 100 и 1000 см^3.

Пипетки 1-2-2-(1,5,10,25) по ГОСТ 29227.

Микродозатор одноканальный «САПП» с переменным объемом от 1 до 5 см^3 включительно.

Микродозатор одноканальный «САПП» с переменным объемом от 0,1 до 1 см^3 включительно.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема (10—100 и 100—1000 см^3) любой марки.

Шприц инъекционный 5 Б «Луер» вместимостью 5 см^3 по ГОСТ 24861.

3.8 Спирт этиловый ректификованный высшей очистки по ГОСТ Р 51652, водно-спиртовой раствор с объемной долей спирта 40 % — по ГОСТ 3639.

Натрия гидроокись (гидроксид натрия), ч. д. а. по ГОСТ 4328.

Натрий углекислый (карбонат натрия), х. ч. по ГОСТ 83.

Вода деионизованная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20301) удельной электропроводностью менее 0,2 мкСм/см. Для получения деионизованной воды рекомендуется использовать специальную установку.

Допускается применять другие средства измерений, оборудование, реактивы, материалы, вспомогательные устройства с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

4 Методы отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ Р 52472 и ГОСТ Р 52473.

5 Определение массовой концентрации силикат-ионов

Метод основан на ионообменных процессах, приводящих к разделению силикат-ионов на разделительной хроматографической колонке и последующем определении их концентрации с помощью стандартных образцов.

5.1 Подготовка к выполнению измерений

5.1.1 Приготовление растворов

5.1.1.1 Приготовление водно-спиртовых растворов

Этиловый ректификованный спирт разбавляют деионизованной водой при температуре 20 °С. Объем исходного спирта с объемной долей этилового спирта свыше 40 % C, см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{VX}{C_1}, \quad (1)$$

где V — объем водно-спиртового раствора, который необходимо приготовить, см^3;

X — необходимая объемная доля водно-спиртового раствора, %;

C_1 — исходная объемная доля этилового спирта, %.

5.1.1.2 Приготовление элюента для хроматографического разделения силикат-ионов — раствора гидроксида натрия c (NaOH) = 3,2 мМоль/дм^3 (далее — щелочного раствора) и карбоната натрия c (Na_2CO_3) = 0,5 мМоль/дм^3.

Для приготовления элюента используют два раствора.

Раствор 1. Навеску гидроксида натрия массой (20,0 ± 0,1) г вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в небольшом количестве деионизованной воды в ультразвуковой ванне, затем доводят до метки деионизованной водой при 20 °С и перемешивают. Срок хранения раствора в емкости из полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой не более 1 мес.

Раствор 2. Навеску карбоната натрия массой (0,053 ± 0,001) г вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют, при перемешивании, в 100 см^3 деионизованной воды. Затем в раствор 2 вносят навеску раствора 1 массой (0,640 ± 0,001) г, предварительно взвешенную в стаканчике вместимостью 25 см^3. Стаканчик ополаскивают деионизованной водой, сливая ее в мерную колбу, доводят объем до метки деионизованной водой при 20 °С, перемешивают, фильтруют через фторопластовую микромембрану МФФКГ-3 с диаметром пор 0,45 мкм и дегазируют. Раствор хранят в полипропиленовой емкости с плотно завинчивающейся крышкой 1 сут.

Примечание — В случае использования иных разделительных колонок элюент готовят в соответствии с паспортом на колонку.

5.1.1.3 Приготовление градуировочных растворов

Приготовление основного раствора силикат-ионов массовой концентрации 100,0 мг/дм^3 проводят из государственного стандартного образца состава раствора силикат-ионов МСО 0130:2000 (ГСО РМ-5 2298—89П) массовой концентрации 1 мг/см^3.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 микродозатором вносят 5,0 см^3 раствора ГСО силикат-ионов и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

Массовая концентрация кремния в основном растворе — 100,0 мг/дм^3.

Далее по тексту растворы с концентрацией кремния будут именоваться растворами силикат-ионов с указанием массовой концентрации в пересчете на кремний.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с плотно завинчивающейся крышкой – не более семи дней.

Приготовление рабочих градуировочных растворов массовой концентрации силикат-ионов, мг/дм^3: 0,5 (№ 1); 1,0 (№ 2); 5,0 (№ 3), 10 (№ 4).

Приготовление градуировочного раствора № 4

5,0 см^3 основного раствора (см. 5.1.1.3) массовой концентрации силикат-ионов 100,0 мг/дм^3 микродозатором вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, затем вносят пипеткой 25,0 см^3 водно-спиртового раствора с объемной долей спирта 40 % (см. 5.1.1.1) и доводят содержимое колбы до метки щелочным раствором (см. 5.1.1.2).

Массовая концентрация силикат-ионов в градуировочном растворе № 4 — 10,0 мг/дм^3.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с плотно завинчивающейся крышкой — 1 сут.

Приготовление градуировочного раствора № 3

2,5 см^3 основного раствора (см. 5.1.1.3) массовой концентрации силикат-ионов 100,0 мг/дм^3 микродозатором вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, затем пипеткой вносят 25 см^3 водно-спиртового

раствора с объемной долей спирта 40 % (см. 5.1.1.1) и доводят содержимое колбы до метки щелочным раствором (см. 5.1.1.2).

Массовая концентрация силикат-ионов в градуировочном растворе № 3 — 5,0 мг/дм^3.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с плотно завинчивающейся крышкой — 1 сут.

Приготовление градуировочного раствора № 2

0,5 см^3 основного раствора (см. 5.1.1.3) массовой концентрации силикат-ионов 100,0 мг/дм^3 микродозатором вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, затем пипеткой вносят 25 см^3 водно-спиртового раствора с объемной долей спирта 40 % (см. 5.1.1.1) и доводят содержимое колбы до метки щелочным раствором (см. 5.1.1.2).

Массовая концентрация силикат-иона в градуировочном растворе № 2 — 1,0 мг/дм^3.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с плотно завинчивающейся крышкой — 1 сут.

Приготовление градуировочного раствора № 1

0,25 см^3 основного раствора (см. 5.1.1.3) массовой концентрации силикат-ионов 100,0 мг/дм^3 микродозатором вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, затем пипеткой вносят 25,0 см^3 водно-спиртового раствора с объемной долей спирта 40 % (см. 5.1.1.1) и доводят содержимое колбы до метки щелочным раствором (см. 5.1.1.2).

Массовая концентрация силикат-ионов в градуировочном растворе № 1 — 0,5 мг/дм^3.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с плотно завинчивающейся крышкой — 1 сут.

5.1.2 Подготовка хроматографа к работе

5.1.2.1 Подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации. Хроматографическую колонку подготавливают к работе в соответствии с паспортом на нее, задают необходимую скорость подвижной фазы (элюента) в соответствии с типоразмерами колонки и сорбентом, заполняющим колонку, и прокачивают его в течение 30 мин.

Кондуктометрическое детектирование разделенных силикат-ионов осуществляют без подавления фоновой электропроводности элюента.

5.1.2.2 Условия хроматографического разделения

Определение силикат-ионов выполняют при скорости элюирования 1,0 см^3/мин элюентом, приготовленным по 5.1.1.2. Объем петлевого дозатора 100 мкл.

5.1.2.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировку детектора проводят в следующих условиях выполнения измерений:

температура окружающего воздуха, °С . . . . . 25 ± 5;

атмосферное давление, мм рт. ст. . . . . 760 ± 30;

относительная влажность воздуха, % . . . . . 65 ± 15;

частота питающей сети, Гц . . . . . 50 ± 0,5;

напряжение питания в сети, В . . . . . 220 ± 10.

Процедуры градуировки хроматографа выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя программного обеспечения.

Градуировку хроматографа выполняют с использованием градуировочных растворов №№ 1—4, выполняя измерения для каждого раствора, не менее двух раз, начиная с раствора № 1.

Регистрируют время удерживания и площадь пика силикат-ионов для каждой градуировочной смеси.

Хроматограммы обрабатывают в соответствии с руководством пользователя программного обеспечения, идентифицируют пик силикат-ионов и устанавливают соответствующее ему время удерживания.

Сходимость времени удерживания силикат-ионов признают удовлетворительной при выполнении условия

$$200\,(T_{макс} - T_{мин}) \le r_т\,(T_{макс} + T_{мин}), \qquad (2)$$

где $T_{макс}$ — максимальное время удерживания пика силикат-ионов;

$T_{мин}$ — минимальное время удерживания пика силикат-ионов;

$r_т$ — предел сходимости времени удерживания силикат-ионов ($r_т$ = 10 %).

По полученным хроматограммам определяют площади пиков силикат-ионов, вычисляют их средние значения и проверяют сходимость полученных значений для каждой концентрации силикат-ионов в градуировочных растворах.

Сходимость площадей силикат-ионов признают удовлетворительной при выполнении условия

$$200\ (S_{макс} - S_{мин}) \le r_s\ (S_{макс} + S_{мин}), \quad (3)$$

где $S_{макс}$ — максимальная площадь пика силикат-ионов;

$S_{мин}$ — минимальная площадь пика силикат-ионов;

r_s — предел сходимости площадей пика силикат-ионов (r_s = 15 %).

При удовлетворительных результатах контроля обоих параметров пика — времени удерживания и площади — устанавливают градуировочную характеристику зависимости среднеарифметического значения площади пика силикат-ионов от концентрации в градуировочном растворе.

При неудовлетворительных результатах контроля проводят регенерацию колонки (см. 5.1.2.4).

Хроматограф градуируют после регенерации аналитической колонки или при ее замене, смене элюента, основных реактивов, но не реже, чем один раз в 3 мес.

5.1.2.4 Регенерация аналитической колонки

Регенерацию аналитической колонки проводят в соответствии с рекомендациями производителя.

5.1.2.5 Подготовка проб продукта для анализа

Пробу продукта подвергают хроматографическому разделению после предварительной подготовки.

При наличии видимых взвешенных частиц или осадка пробу продукта трижды фильтруют через фторопластовые микромембраны МФФКГ-3 с диаметром пор 0,45 мкм. При отсутствии осадка или взвешенных частиц фильтрацию пробы не проводят.

Массовую концентрацию силикат-ионов определяют в пробе продукта с объемной долей этилового спирта не выше 40 % . Пробы продукта с объемной долей этилового спирта выше 40 % разбавляют деионизованной водой при 20 °С до указанной концентрации, непосредственно перед проведением анализа согласно формуле (1). Истинное значение объемной доли этилового спирта в пробе продукта устанавливают после предварительной перегонки пробы продукта по ГОСТ Р 52472. Объемную долю этилового спирта полученного водно-спиртового раствора продукта измеряют ареометром для спирта по ГОСТ 3639.

25 см^3 подготовленной к анализу пробы продукта пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки щелочным раствором — раствором гидроксида натрия c (NaOH) = = 3,2 мМоль/дм^3 (см. 5.1.1.2).

5.2 Проведение измерений

5.2.1 Измерение массовой концентрации силикат-ионов в диапазоне 0,5—10,0 мг/дм^3 возможно в присутствии фторид-ионов массовой концентрации не более 0,3 мг/дм^3, более высокие массовые концентрации фторид-ионов оказывают влияние на результаты анализа. Поэтому предварительно проводят количественное определение массовой концентрации фторид-ионов по ГОСТ Р 51821 с целью введения поправки для снижения погрешности результата.

5.2.2 Перед началом работ в день выполнения измерений проверяют стабильность времени удерживания и стабильность градуировочной характеристики.

При изменении времени удерживания более чем на ± 3,5 % по отношению к установленному при градуировке проводят повторную градуировку хроматографа во всем диапазоне измерений.

Контроль стабильности градуировочного графика осуществляют с использованием свежеприготовленных (из соответствующего ГСО) градуировочных растворов №№ 1—4 по величине расхождения аттестованного значения ГСО с массовой концентрацией, найденной по градуировочной характеристике.

В случае обнаружения отклонений результатов измерения массовой концентрации силикат-ионов от расчетного значения в любом из градуировочных растворов более чем на ± 15 % проводят повторную градуировку хроматографа во всем диапазоне измерений.

5.2.3 Ввод пробы в хроматограф и дальнейшее измерение электропроводности элюата проводят в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа при рабочих параметрах, установленных по 5.1.2.2 и 5.1.2.3.

Так как проба продукта разбавляется, при необходимости, деонизированной водой и щелочным раствором, то следует учитывать коэффициент разбавления.

Хроматографическое разделение каждой пробы продукта проводят два раза.

По окончании параллельных измерений хроматограммы записывают в программном интерфейсе системы сбора и обработки данных, обрабатывают в соответствии с руководством пользователя программно-аппаратного комплекса и могут быть выведены на дисплей и/или принтер.

5.3 Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение, входящее в комплект хроматографа.

Хроматографическое разделение каждой пробы продукта проводят два раза, за результат анализа $X_{ср}$ принимают среднеарифметическое результатов параллельных определений X_1 и X_2, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2|X_1 - X_2|100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (4)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации силикат-ионов, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

5.4 Оформление результатов измерений

Результат измерений массовой концентрации силикат-ионов в пробе при отсутствии фторид-ионов или при содержании фторид-ионов массовой концентрации менее 0,3 мг/дм^3 представляют в виде:

$$X_{ср} \pm 0{,}01\delta\ X_{ср}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (5)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (см. таблицу 1).

При содержании фторид-ионов C_F более 0,3 мг/дм^3 вводимая поправка численно равна массовой концентрации фторид-ионов.

Результат анализа $X'_{ср}$, мг/дм^3, в этом случае вычисляют по формуле

$$X'_{ср} = (X_{ср} - C_F). \quad (6)$$

5.5 Проверка результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

5.5.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях.

5.5.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях в соответствии с 5.2 и 5.3, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$|X_{ср1} - X_{ср2}| \le CD_{0,95} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср1,2}, \quad (7)$$

где $X_{ср1}$ $X_{ср2}$ — средние значения массовой концентрации силикат-ионов, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 5.3, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности при определении массовой концентрации силикат-ионов, % (см. таблицу 1);

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

$X_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения массовой концентрации силикат-ионов, полученных в первой и второй лабораториях, мг/дм^3, вычисляемое по формуле

$$X_{ср1,2} = \frac{X_{ср1} + X_{ср2}}{2}, \quad (8)$$

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).

5.6 Показатели точности и прецизионности измерений массовой концентрации силикат-ионов (в пересчете на кремний)

Показатели точности и прецизионности измерений массовой концентрации силикат-ионов в диапазоне измерений от 0,5 до 10,0 мг/дм^3 (в пересчете на кремний) при $P = 0{,}95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Показатели прецизионности и точности	Значения показателей прецизионности и точности	
	при массовой концентрации фторид-иона < 0,3 мг/дм^3	при массовой концентрации фторид-иона > 0,3 мг/дм^3
Относительное стандартное отклонение повторяемости (сходимости) S_r, %	5,4	
Предел повторяемости (сходимости), $r_{отн}$, %	15	
Границы относительной погрешности результата анализа ± δ, %	15	20
Значение критической разности для результатов анализа, полученных в двух разных лабораториях, $CD_{0,95}$, % (характеристика воспроизводимости при $n_1 = n_2 = 2$)	21	30

6 Требования безопасности

При проведении анализов следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и требования инструкций по эксплуатации приборов;
- требования пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

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

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие квалификацию не ниже техника, изучившие инструкцию по эксплуатации ионного хроматографа, требования безопасности, прошедшие обучение и освоившие метод выполнения измерений.

УДК 663.5.543.06:006.354 ОКС 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9109 9107

Ключевые слова: водки, водки особые, метод определения, метод ионной хроматографии, силикат-ионы, фторид-ионы, идентификация, определение содержания

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.09.2009. Подписано в печать 28.10.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 253 экз. Зак. 632.

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.

gost.e-ecolog.ru