МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34775— 2021

ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

Определение содержания ионов кальция, магния, натрия, калия, аммония методом ионной хроматографии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии — филиалом Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра питания, биотехнологии и безопасности пищи (ВНИИПБТ — филиал ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2021 г. № 143-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004--97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 октября 2021 г. № 1057-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34775—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021



В Российской Федерации 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 Сущность метода 2
4 Условия проведения измерений 3
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 3
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Подготовка к проведению измерений 4
8 Проведение измерений 6
9 Обработка результатов измерений 8
10 Контроль точности результатов измерений 9
11 Требования безопасности 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

Определение содержания ионов кальция, магния, натрия, калия, аммония методом ионной хроматографии

Prepared (corrected) water for the manufacture of alcoholic beverages. Determination of the content of calcium, magnesium, sodium, potassium, ammonium ions by ion chromatography

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на подготовленную (исправленную) воду, используемую для изготовления алкогольной продукции (далее — подготовленная вода) и устанавливает определение массовой концентрации катионов кальция, магния, натрия, калия, аммония методом высокоэффективной жидкостной ионной хроматографии.

Настоящий стандарт рекомендуется применять для контроля питьевой воды, водок и особых водок (далее — продукт).

Диапазон измерений массовой концентрации катионов кальция, магния, натрия, калия и аммония — от 0,1 до 20,0 мг/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4142 Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4523 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 20301 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 32035 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ ИСО 5725-2—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприц для ручного использования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на ионообменных процессах, приводящих к разделению катионов на хроматографической колонке соответствующего типа, и их последующем кондуктометрическом детектировании.

Детектирование катионов осуществляют без подавления фоновой электропроводности элюента. Мешающее влияние органических веществ исключается соответствующей подготовкой проб к измерениям.

Продолжительность анализа —17—22 мин.

Диапазоны измерения массовой концентрации катионов в подготовленной воде и продукте и границы относительных погрешностей результатов измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1

Анализируемый катион	Диапазон измерений массовых концентраций, мг/дм³	Границы относительной погрешности измерений ±δ, % при $P = 0,95$
Кальций	От 0,1 до 1,0 включ.	20
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15
Магний	От 0,1 до 1,0 включ.	20
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15
Натрий	От 0,1 до 1,0 включ.	17
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15
Калий	От 0,1 до 1,0 включ.	17
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15
Аммоний	От 0,1 до 1,0 включ.	20
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

4 Условия проведения измерений

4.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха.....15 °С — 28 °С;
- относительная влажность воздуха.....20 % — 75 %.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Хроматограф жидкостный ионный с кондуктометрическим детектором с диапазоном 0—1000 мкСм/см, системой сбора и обработки данных и следующими метрологическими характеристиками:

- допускаемое значение относительного среднеквадратического отклонения времени удерживания определяемого компонента ±0,3 %;
- допускаемое значение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала по высоте и площади пика ±3 %;
- относительное изменение выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы ±2 %.

Колонка хроматографическая аналитическая, заполненная сорбентом: силикагель с карбоксильными группами, длиной 150 мм, внутренним диаметром 4 мм, размером частиц 5 мкм. Допускается применение других хроматографических колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1 (см. 8.1).

Колонка защитная (предколонка) для данного типа колонок.

Компьютер, имеющий программное обеспечение.

Колбы мерные 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2; 2-1000-2; 1-25-2; 1-50-2; 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-1-0,5; 1-1-1-1; 1-1-1-2; 1-1-1-5; 1-2-1-10; 1-2-1-25 по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной меткой 2-2-10; 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кальций азотнокислый 4-водный по ГОСТ 4142.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523.

Кислота азотная о. с. ч по ГОСТ 11125.

Пиридин-2,6-дикарбоновая кислота массовой долей основного вещества не менее 98,0 %.

Шприц инъекционный однократного применения, вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.

Центрифуга не менее 8000 об/мин.

Ванна ультразвуковая.

Холодильник бытовой.

Шкаф вытяжной.

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности 0,001 г.

Вода деионизованная (вода дистиллированная по ГОСТ 6709, пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20301) с удельной электрической проводимостью не более 0,010 мСм/м. Для получения деионизованной воды рекомендуется использовать специальную установку.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб продукта — по ГОСТ 32035, подготовленной воды — по ГОСТ 31861.

6.2 Пробу продукта и подготовленной воды подвергают хроматографическому разделению после предварительной подготовки.

6.3 При наличии видимых взвешенных частиц или осадка пробу продукта и подготовленной воды центрифугируют при 8000 об/мин в течение 15 мин или трижды фильтруют через фильтры с диаметром пор 0,45 мкм.

6.4 Пробу продукта и подготовленной воды объемом 10 см^3 пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки деионизованной водой.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Установку, включение и подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации. Устанавливают последовательно колонки: защитную (предколонку) и хроматографическую.

Хроматографическую колонку подготавливают к работе в соответствии с паспортом на нее. Кондуктометрическое детектирование разделяемых катионов осуществляют без подавления фоновой электропроводности элюента.

7.2 Контроль разрешающей способности хроматографической колонки

При разделении катионов хроматографическую колонку, установленную в хроматограф, оценивают по параметру разрешения пиков катионов натрия и аммония — пары критически (не полностью) разделяемых катионов.

В хроматографическую колонку хроматографа, выведенного на рабочий режим в соответствии с руководством по эксплуатации, вводят градуировочный раствор наибольшей концентрации и пары критических разделяемых катионов (натрия и аммония), приготовленный в соответствии с 7.3.2.

Разрешающую способность (разрешение) хроматографической колонки R_s вычисляют по формуле

$$R_s = 2(t'_{R_2} - t'_{R_1}) / (W_2 + W_1), \quad (1)$$

где t'_{R_2}, t'_{R_1} — приведенное время удерживания пары критически разделяемых катионов (натрия и аммония), мин;

W_2, W_1 — ширина пиков (при основании), соответствующих паре критически разделяемых катионов (натрия и аммония), мин.

Приведенное время удерживания соответствующего катиона t'_R, мин, вычисляют по формуле

$$t'_R = t_R - t_0, \quad (2)$$

где t_R — абсолютное время удерживания компонента, мин;

t_0 — время элюирования неудерживаемого компонента, мин.

По результатам двух параллельных измерений рассчитывают среднее значение R_s (n,n + 1) для пары критически разделяемых катионов (натрия и аммония) для установленной хроматографической колонки. Колонка считается удовлетворительной при значениях R_s (n,n + 1) > 1,5. При расчете разрешения используют систему сбора и обработки хроматографических данных.

Контроль стабильности работы разделительной колонки в процессе эксплуатации проводится не реже чем один раз в две недели.

7.3 Приготовление растворов

7.3.1 Приготовление раствора элюента

Приготовление элюента — раствора, содержащего азотную кислоту массовой концентрации C_{HNO_3} = 0,0017 моль/дм^3 и пиридин-2,6-дикарбоновую кислоту массовой концентрации $C_{C_7H_5NO_4}$ = = 0,0007 моль/дм^3.

7.3.1.1 Приготовление раствора азотной кислоты

Для приготовления раствора азотной кислоты массовой концентрации C_{HNO_3} = 1 моль/дм^3, ампулу стандарт-титра 0,1 Н азотной кислоты вскрывают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки деионизованной водой при температуре (20 ± 2) °С и тщательно

перемешивают, в дальнейшем из него готовят раствор элюента. Раствор хранят в стеклянной колбе в холодильнике в течение 6 мес.

7.3.1.2 Приготовление раствора элюента

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ с небольшим количеством деионизованной воды вносят 0,1169 г пиридин-2,6-дикарбоновой кислоты. Полностью растворяют. Затем добавляют 1,7 $см^3$ раствора азотной кислоты массовой концентрации C_{HNO_3} = 1 моль/$дм^3$. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой при температуре (20 ± 2) °С и тщательно перемешивают.

Перед применением раствор элюента дегазируют с помощью ультразвуковой ванны.

Примечание — В случае использования иных хроматографических колонок элюент готовят в соответствии с паспортом качества колонок.

7.3.2 Приготовление градуировочных растворов

В качестве градуировочных растворов используют межгосударственные стандартные образцы (МСО) состава растворов. Допускается применение других стандартных образцов (СО) измеряемых ионов с метрологическими характеристиками не ниже указанных. При отсутствии СО допускается использование градуировочных растворов, приготовленных в соответствии с 7.3.2.2.

7.3.2.1 Приготовление градуировочных растворов из СО

а) Приготовление основного градуировочного раствора

Приготовление основного градуировочного раствора массовой концентрации катионов 100 мг/$дм^3$ проводится в соответствии с инструкцией по применению СО из состава раствора ионов массовой концентрации 1 мг/$см^3$: Например, кальция — ГСО 7772-2000; магния — ГСО 7767-2000; натрия — ГСО 7775-2000; калия — ГСО 7771-2000; аммония — ГСО 7786-2000.

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ пипеткой переносят по 5 $см^3$ раствора СО соответствующих ионов.

Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой.

Массовая концентрация катионов в основном градуировочном растворе смеси ионов: кальций — 100 мг/$дм^3$, магний — 100 мг/$дм^3$, натрий — 100 мг/$дм^3$, калий —100 мг/$дм^3$, аммоний — 100 мг/$дм^3$.

Раствор смеси ионов хранят в полиэтиленовой емкости в холодильнике в течение 3 мес.

б) Приготовление градуировочных растворов (№ 1—№ 6)

Приготовление градуировочных растворов основано на разведении основного градуировочного раствора смеси катионов аммония, калия, натрия, магния, кальция деионизованной водой.

Массовые концентрации катионов в градуировочной смеси указаны в таблице 2.

Таблица 2

Наименование катиона	Массовая концентрация катиона в градуировочном растворе, мг/$дм^3$					
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6
Кальций	0,1	0,5	1,0	5	10	20
Магний						
Натрий						
Калий						
Аммоний						

1) Приготовление градуировочного раствора № 6

10 $см^3$ основного градуировочного раствора [7.3.2.1 а)] пипеткой вместимостью 10 $см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

2) Приготовление градуировочного раствора № 5

5 $см^3$ основного градуировочного раствора [7.3.2.1 а)] пипеткой вместимостью 5 $см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

3) Приготовление градуировочного раствора № 4

25 см^3 градуировочного раствора № 5 [7.3.2.1 б)2)] пипеткой вместимостью 25 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

4) Приготовление градуировочного раствора № 3

5 см^3 градуировочного раствора № 5 [7.3.2.1 б)2)] пипеткой вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

5) Приготовление градуировочного раствора № 2

5 см^3 градуировочного раствора № 5 [7.3.2.1 б)2)] пипеткой вместимостью 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

6) Приготовление градуировочного раствора № 1

1 см^3 градуировочного раствора № 5 [7.3.2.1 б)2)] пипеткой вместимостью 1 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

7.3.2.2 Приготовление аттестованных растворов катионов аммония, калия, натрия, магния, кальция

Аттестованные растворы катионов аммония, калия, натрия, магния, кальция готовят по ГОСТ 4212 методом растворения навесок соответствующих солей в мерных колбах с доведением объемов до меток деионизованной водой.

а) Приготовление аттестованного раствора массовой концентрации катионов аммония 1,00 г/дм^3

Хлористый аммоний высушивают при температуре 105 °С до постоянной массы. Соль охлаждают в эксикаторе. Навеску соли массой 2,9670 г вносят через воронку в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой.

б) Приготовление аттестованного раствора массовой концентрации катионов натрия 1,00 г/дм^3

Хлористый натрий прокаливают при температуре 500 °С до постоянной массы. Соль охлаждают в эксикаторе. Навеску соли массой 2,5420 г вносят через воронку в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой.

в) Приготовление аттестованного раствора массовой концентрации катионов калия 1,00 г/дм^3

Хлористый калий прокаливают при температуре 500 °С до постоянной массы. Соль охлаждают в эксикаторе. Навеску соли массой 1,9070 г вносят через воронку в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой.

г) Приготовление аттестованного раствора массовой концентрации катионов магния 1,00 г/дм^3

Навеску соли $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ массой 10,140 г вносят через воронку в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой.

д) Приготовление аттестованного раствора массовой концентрации катионов кальция 1,00 г/дм^3

Нитрат кальция высушивают при температуре 170 °С до постоянной массы. Соль охлаждают в эксикаторе. Навеску соли массой 2,5420 г вносят через воронку в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески объем раствора доводят до метки деионизованной водой.

Аттестованные растворы катионов хранят в полиэтиленовой посуде в холодильнике в течение одного года.

е) Основной и градуировочные растворы готовят из аттестованных растворов ионов, приготовленных согласно 7.3.2.2 а) — д).

8 Проведение измерений

8.1 Измерения проводят при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура, °С 20;

давление, бар 84;

скорость потока элюента, см^3/мин 0,9;

объем петлевого дозатора, мкл . . . . . 100.

Допускается проведение измерений в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение и последовательность выхода веществ, аналогичную приведенной на рисунке 1.

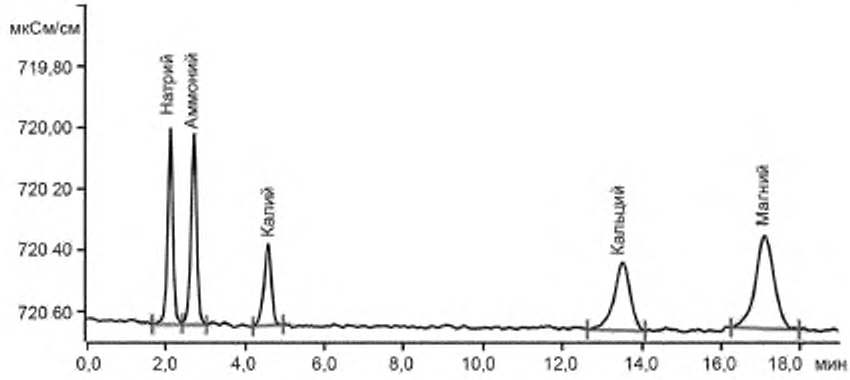

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном хроматографической колонкой*

8.2 Градуировка хроматографа

8.2.1 Градуировку хроматографа с установленной хроматографической колонкой выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя программным обеспечением. Градуировочная зависимость выражается уравнением:

$$y = K_1 X + K_0,$$

где y — концентрация катионов, мг/дм^3;

K_1 — угловой коэффициент функции градуировки;

K_0 — точка пересечения функции градуировки с осью ординат;

X — площадь пика, мкСм/см*с.

8.2.2 Градуировку хроматографа проводят, используя градуировочные растворы, приготовленные в соответствии с 7.3.2, начиная с раствора № 1.

С этой целью в адаптер для крана-дозатора вставляют одноразовый шприц и, нажав кнопку Fill, переключают кран в режим заполнения петли для градуировочного раствора. Опускают капилляр в колбу с градуировочным раствором и с помощью шприца отбирают около 1—2 см^3 раствора.

Не вынимая шприц, нажимают кнопку Inject. Программа сбора и обработки хроматографической информации при этом записывается автоматически.

Хроматограммы обрабатывают в соответствии с руководством пользователя программно-аппаратным комплексом сбора и обработки данных.

Градуировку во всем диапазоне измеряемых концентраций катионов проводят не реже одного раза в квартал, а также при использовании новой партии реактивов, замене колонок и после ремонта хроматографа.

Проверку градуировочной характеристики по двум градуировочным растворам выполняют перед началом работ в день проведения измерений. В случае обнаружения отклонения результатов измерения массовой концентрации катионов в градуировочных растворах более чем на 15 % и изменения времени удерживания более чем на 3,5 % для любого из анализируемых катионов проводят повторную градуировку хроматографа во всем диапазоне измерений.

8.3 Порядок проведения измерений

Пробу продукта или подготовленной воды готовят по 6.4. При запуске программы вручную вводится десятикратное разведение пробы.

---

* Например, хроматограф, оснащенный колонкой Metrosep C 4 (150/4,0). Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта. Допускается применение аналогичного оборудования, при условии получения таких же результатов.

В адаптер для крана-дозатора вставляют одноразовый шприц и, нажав кнопку Fill, переключают кран в режим заполнения петли для анализируемой пробы. Опускают капилляр в колбу с пробой и с помощью шприца отбирают около 1—2 $см^3$ пробы. Не вынимая шприц, нажимают кнопку Inject. Программа сбора и обработки хроматографической информации при этом записывается автоматически.

Хроматографическое разделение каждой пробы продукта и подготовленной воды повторяют не менее двух раз.

На основании первичного хроматографического разделения принимается решение о необходимости дополнительного разведения пробы. При содержании в подготовленной пробе какого-либо из измеряемых катионов более 20,0 $мг/дм^3$ (см. таблицу 1) пробу разбавляют до требуемого уровня массовой концентрации деионизованной водой.

По окончании измерений хроматограммы каждой параллельной пробы записываются в программном интерфейсе системы сбора и обработки данных, обрабатываются в соответствии с руководством пользователя программно-аппаратного комплекса и могут быть выведены на дисплей и/или принтер.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение компьютера, входящее в комплект хроматографа, в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

9.2 Диапазоны измерений массовой концентрации катионов, границы относительной погрешности, значения нормативов оперативного контроля приведены в таблице 3.

Таблица 3

Анализируемый катион	Диапазон измерения массовой концентрации, $мг/дм^3$	Показатель точности (границы относительной погрешности/ расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $K = 2$) $\pm\delta$, $\pm\delta'$; %, при $P = 0,95$	Предел повторяемости (сходимости) r, %, при $n = 2$, $P = 0,95$	Критическая разность для результатов измерений, полученных в двух лабораториях $CD_{0,95}$, % ($n_1 = n_2 = 2$)
Кальций	От 0,1 до 1,0 включ.	20	15	28
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15	10	21
Магний	От 0,1 до 1,0 включ.	20	15	28
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15	10	21
Калий	От 0,1 до 1,0 включ.	17	12	25
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15	10	21
Натрий	От 0,1 до 1,0 включ.	17	12	25
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15	10	21
Аммоний	От 0,1 до 1,0 включ.	20	28	15
	Св. 1,0 до 20,0 включ.	15	21	10

9.3 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение $\overline{X}_{ср}$, $мг/дм^3$, двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости. Результаты измерений массовой концентрации анализируемых катионов в продукте и подготовленной воде представляют в виде:

$$\overline{X}_{ср} \pm \Delta, \quad (3)$$

где $\overline{X}_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений, $мг/дм^3$;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, $мг/дм^3$.

Значение Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = \delta \cdot \overline{X}_{ср} / 100, \quad (4)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений массовой концентрации анализируемого катиона (см. таблицу 1).

Если окончательный результат выходит за пределы границ диапазона измерений массовых концентраций, установленных в таблице 3, то результаты представляют в следующем виде:

$\overline{X}_{ср} < X_{мин}$ или $\overline{X}_{ср} > X_{макс}$ — для массовой концентрации каждого катиона,

где $X_{мин}$ — концентрация определяемого компонента в начальной точке диапазона;

$X_{макс}$ — концентрация определяемого компонента в конечной точке диапазона.

10 Контроль точности результатов измерений

10.1 Контроль повторяемости (сходимости)

Рассчитанное среднеарифметическое значение считают приемлемым при условии, что величина повторяемости соответствует таблице 3. Оперативный контроль повторяемости (сходимости) осуществляют путем сравнения расхождения результатов двух параллельных измерений (X_1 и X_2) с нормативом оперативного контроля предела повторяемости r (таблица 3).

Результаты признают приемлемыми, если

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}_{ср}} \le 0{,}01\, r.$$

При превышении норматива оперативного контроля приемлемости измерения повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

10.2 Контроль для двух лабораторий

Границы относительной погрешности, критическая разность $CD_{0,95}$ для результатов измерений в двух разных лабораториях и предел повторяемости — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2—2003 (пункты 7.2—7.5) и ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 4.1, 4.2, 5.2, 5.3, 7.2).

10.3 Контроль погрешности результатов измерений

10.3.1 Контроль погрешности результатов измерений с использованием образцов для контроля

10.3.1.1 Образцами для контроля погрешности являются СО состава катионов.

Контроль погрешности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $K_к$, равного разности между результатом контрольного измерения массовой концентрации катионов в образце для контроля X и аттестованным значением массовой концентрации C, с нормативом оперативного контроля точности — K. При $P = 0{,}95$, $K = \Delta$.

Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если

$$K_к = |X - C| \le K,$$

где $K = \Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$.

Значения δ приведены в таблице 3.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности измерения повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

10.3.1.2 Периодичность контроля устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ. При смене партий реактивов, средств измерений и СО проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

10.3.2 Контроль погрешности с использованием метода добавок

10.3.2.1 Метод оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольной процедуры $K_к$, равного разности между результатом контрольного

измерения содержания катионов в пробе продукта или подготовленной воде с известной добавкой X', в пробе продукта или подготовленной воде без добавки X и значения массовой концентрации добавки — C, с нормативом оперативного контроля погрешности $K_д$.

10.3.2.2 Образцами для контроля являются пробы продукта или подготовленной воды. При применении метода добавок объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений по методике.

Отобранную пробу делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой. Во вторую часть вводят добавку аттестованного раствора иона определяемого катиона, а затем анализируют в соответствии с методикой.

Концентрация компонента в добавке должна составлять 50 %—150 % содержания определяемого катиона в пробе продукта или подготовленной воды и должна выбираться в этом интервале таким образом, чтобы результат анализа с добавкой не выходил за верхний предел диапазона измерений анализируемого катиона с учетом погрешности измерений (таблица 3). Норматив оперативного контроля $K_д$, мг/дм^3, погрешности вычисляют по формулам:

при проведении внутрилабораторного контроля (P = 0,95)

$$K_д = 0,84\sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta\overline{x})^2},$$

при проведении внешнего контроля P = 0,95

$$K_д = \sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta\overline{x})^2},$$

где $\Delta\overline{x}$, $\Delta x'$; мг/дм^3 — значения характеристик погрешности (без учета знака), соответствующие содержанию определяемого элемента в пробе, пробе с известной добавкой, соответственно:

$\Delta\overline{x} = 0,01 \cdot \delta_x \cdot \overline{X}_1$ ($\overline{X}_1$ — содержание катиона в пробе);

$\Delta x' = 0,01 \cdot \delta'_x \cdot \overline{X}'_2$ ($\overline{X}'_2$ — содержание катиона в пробе с добавкой).

Значения δ_x (δ'_x) приведены в таблице 3.

Точность контрольного измерения, а также точность результатов анализа проб признают удовлетворительной, если

$$K_к = |\overline{X}'_2 - \overline{X}_1 - C| \le K_д.$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

10.3.2.3 Периодичность контроля устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ. При смене партий реактивов, средств измерений и СО необходимо проведение оперативного контроля.

10.4 Контроль стабильности результатов измерений осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполненных измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

11 Требования безопасности

При работе на ионном хроматографе следует соблюдать:

- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль над содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

К работе на ионном хроматографе допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой ионохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

УДК 663.63:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: вода подготовленная (исправленная), водки, особые водки, метод определения, метод высокоэффективной жидкостной ионной хроматографии, катионы, содержание катионов кальция, магния, натрия, калия, аммония, идентификация

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.10.2021. Подписано в печать 19.10.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru