ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52756— 2007

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Определение массовой концентрации азотистых летучих оснований методом капиллярного электрофореза

Издание официальное

Б3 7—2007/220

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 года № 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 16 октября 2007 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 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, 2007

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 2
4.1 Сущность метода 2
4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
4.3 Подготовка к выполнению измерений 3
4.4 Приготовление градуировочных растворов 3
4.5 Выполнение измерений 3
4.6 Градуировка прибора 4
4.7 Анализ образца 4
4.8 Обработка результатов измерений 4
4.9 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости 6
5 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории 6
6 Требования безопасности 6
Приложение А (обязательное) Приготовление рабочего электролита для определения содержания азотистых летучих оснований для анализа спирта 7
Приложение Б (обязательное) Приготовление градуировочных растворов смеси азотистых летучих оснований для анализа спирта 8

Поправка к ГОСТ Р 52756—2007 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Определение массовой концентрации азотистых летучих оснований методом капиллярного электрофореза

В каком месте	Должно быть					
Пункт 4.8.1. Таблица 1	Определяемые вещества	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм^3	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_{r_i}, %	Предел повторяемости r_i, %, при $P = 0,95$, $n = 2$	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_{R_i}, %	Границы относительной погрешности $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$, $n = 2$
	Азотистые летучие основания: аммиак, путресцин, метиламин, кадаверин, диметиламин, этиламин, этаноламин, пирролидин, пропиламин, изопропаноламин, изобутиламин, изоамиламин, фенилэтиламин	От 0,10 до 0,50 включ.	7	19	12	25
		Св. 0,50 до 1,50 включ.	4	11	7	15
	* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.					

(ИУС № 5 2008 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Определение массовой концентрации азотистых летучих оснований методом капиллярного электрофореза

Rectified ethanol from food raw material. Determination of volatile nitrogen bases content by metgod of capillary electrophoresis

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья и устанавливает метод определения массовой концентрации азотистых летучих оснований (далее — амины): аммиака, путресцина, метиламина, кадаверина, диметиламина, этиламина, этаноламина, пирролидина, пропиламина, изопропаноламина, изобутиламина, изоамиламина, фенилэтиламина.

Диапазон измеряемых массовых концентраций токсичных азотистых летучих оснований составляет от 0,10 до 1,50 мг/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы 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 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

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 12.1.007—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

Издание официальное

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

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. 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 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 Отбор проб и подготовка образцов

3.1 Отбор проб для анализа спирта — по ГОСТ Р 52473 (подразделы 5.6 и 5.7).

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

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

3.4 Анализ образца спирта проводят по 4.7.

4 Метод измерений

4.1 Сущность метода

Метод основан на разделении ионов азотистых летучих оснований 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 включительно, обеспечивающая поддержание рабочей температуры капилляра, оснащенная кварцевым капилляром длиной не более 150 см и внутренним диаметром 50 мкм, кондуктометрическим детектором и электронно-вычислительной машиной (компьютером) со специальным программным обеспечением для обработки фореграмм (далее — прибор).

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

Электролит, приготовленный по приложению А.

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом от 1 до 5 $см^3$ включительно [1].

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом от 0,1 до 1 $см^3$ включительно [1].

Микродозатор одноканальный «CAPP» с переменным объемом от 0,005 до 0,05 $см^3$ включительно [1].

Фильтры бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры Шотта, размером пор 0,45 мкм.

Бутыли из полиэтилена с плотно завинчивающейся крышкой вместимостью 20, 50, 100 и 1000 $см^3$.

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

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

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Смолы ионообменные, аниониты по ГОСТ 20301.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений, оборудования, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками и по качеству 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, необходимо через каждые 10 анализов пробирки на входе и выходе наполнять одинаковыми объемами свежего электролита.

4.3.4 Ежедневная подготовка капилляра к работе

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

Если времена миграции определяемых аминов отличаются более чем на 5 % от градуировочных характеристик, капилляр промывают раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 4.3.2, затем электролитом, приготовленным по приложению 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

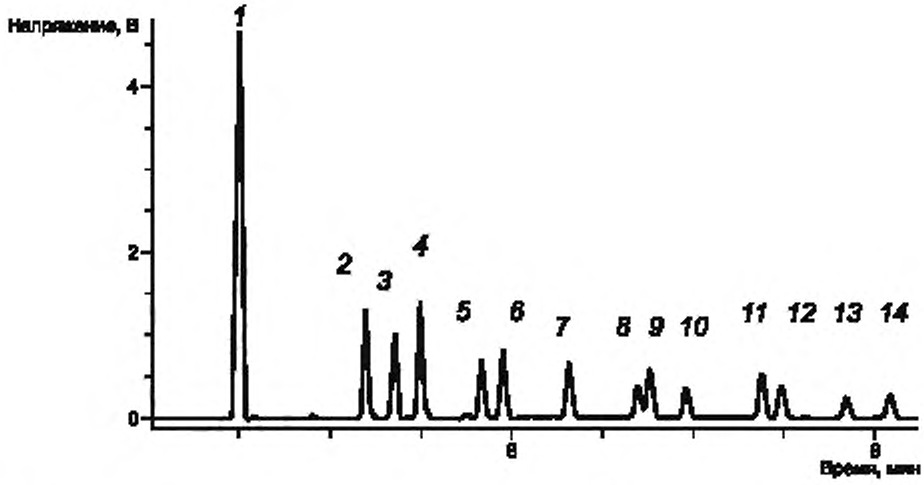
4.4.1 Приготовление градуировочных растворов смеси азотистых летучих оснований проводят в соответствии с приложением Б.

4.5 Выполнение измерений

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах прибора:

напряжение	28—30 кВ
ввод пробы	гидродинамический
детектирование	кондуктометрическое
температура капилляра	20 °С — 40 °С
давление ввода пробы	35 — 50 мБар
время ввода пробы	6 — 24 с
время анализа	8 — 16 мин
электролит	см. приложение А.

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



1 — аммиак; *2* — путресцин; *3* — метиламин; *4* — кадаверин; *5* — диметиламин; *6* — натрий; *7* — этиламин; *8* — этаноламин; *9* — пирролидин; *10* — пропиламин; *11* — изопропаноламин; *12* — изобутиламин; *13* — изоамиламин; *14* — фенилэтиламин

Рисунок 1 — Электрофореграмма анализа градуировочной смеси азотистых летучих оснований, полученная на системе капиллярного электрофореза PrinCE 560 (Нидерланды)[1)]

4.6 Градуировка прибора

Прибор градуируют по искусственным смесям методом абсолютной градуировки.

Градуировку прибора проводят после промывки капилляра электролитом, приготовленным по приложению А, в течение 20 мин.

Градуировку прибора выполняют, используя не менее двух градуировочных смесей, приготовленных по приложению Б. Записывают электрофореграммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых аминов. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая электрофореграмма анализа градуировочной смеси для определения содержания летучих азотистых оснований в спирте этиловом ректификованном из пищевого сырья 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.

4.7 Анализ образца

Подготовленный образец (см. 3.2) 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 градуировочной смеси. Образец анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 (подраздел 3.14). Для количественного расчета данных составляют калибровочный массив по методу абсолютной градуировки с учетом количества микропримесей, содержащихся в ректификованном спирте, на котором готовят градуировочные смеси.

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.

[1)] Эта информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение данного прибора.

Диапазоны измеряемых массовых концентраций азотистых летучих оснований, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности метода указаны в таблице 1.

Таблица 1

Определяемые вещества	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм^3	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_{r_i}, %	Предел повторяемости r_i, %, при $P = 0,95$, $n = 2$	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_{R_i}, %	Границы относительной погрешности $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$, $n = 2$
Азотистые летучие основания: аммиак, путресцин, метиламин, кадаверин, диметиламин, этиламин, этаноламин, пирролидин, пропиламин, изопропаноламин, изобутиламин, изоамиламин, фенилэтиламин	От 0,10 до 0,50 включ.	25	7	12	19
	Св. 0,50 до 1,50 включ.	15	4	7	11

* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.

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

$$\frac{2\left|C_{i1} - C_{i2}\right|100}{(C_{i1} + C_{i2})} \le r_i, \qquad (1)$$

где 2 — число параллельных определений;

C_{i1}, C_{i2} — результаты двух параллельных определений массовой концентрации i-го вещества в анализируемой пробе, мг/дм^3;

100 — множитель для пересчета в проценты;

r_i — значение предела повторяемости (см. таблицу 1) i-го вещества, %.

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

4.8.3 Результаты измерений содержания азотистых летучих оснований представляют как сумму измеренных массовых концентраций, мг/дм^3, в пересчете на безводный спирт.

При пересчете на безводный спирт результаты умножают на коэффициент пересчета П, определяемый по формуле

$$П = 100 : O_э, \qquad (2)$$

где 100 — объемная доля безводного спирта, %;

$O_э$ — объемная доля этилового спирта в анализируемом образце, %.

4.8.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

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

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

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

В случае, если содержание аминов ниже или выше границ диапазона измерений массовых концентраций, указанных в таблице 1, результаты представляют в виде $C_{i\,ср} < 0,10$ мг/дм^3 или $C_{i\,ср} > 1,50$ мг/дм^3 для массовой концентрации i-го вещества.

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 3.1, 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 $CD_{i\,0,95}$ по формуле

$$| C_{i\,ср1} - C_{i\,ср2} | \le CD_{i\,0,95}, \quad (4)$$

где $C_{i\,ср1}$, $C_{i\,ср2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации i-го вещества , полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.8, мг/дм^3;

$CD_{i\,0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации i-го вещества, мг/дм^3, вычисляемое по формуле

$$CD_{i\,0,95} = 2,77 \cdot 0,01 C_{i\,ср1,2} \sqrt{\sigma_{R_i}^2 - \sigma_{r_i}^2 / 2}, \quad (5)$$

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_{R_i} — показатель воспроизводимости (см. таблицу 1) i-го вещества,%;

σ_{r_i} — показатель повторяемости (см. таблицу 1) i-го вещества,%;

$C_{i\,ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения массовой концентрации i-го вещества, полученных в первой и второй лабораториях, мг/дм^3:

$$C_{i\,ср1,2} = \frac{C_{i\,ср1} + C_{i\,ср2}}{2}. \quad (6)$$

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 в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6, 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 контроля 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).

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 электролита для определения содержания азотистых летучих оснований для анализа спирта

А.1 Реактивы и материалы

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

Морфолиноэтансульфоновая кислота моногидрат (2-Morpholinoethanesulfonic acid Monohydrate производства фирмы «Fluka», каталожный № 69892, массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1)].

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

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

Емкости из полимерного материала вместимостью 20 $см^3$ и 1 $дм^3$.

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

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

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

А.2 Приготовление исходных растворов

А.2.1 Приготовление исходного раствора эфира 18-Краун-6

Навеску эфира 18-Краун-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 — 1 год.

А.2.2 Приготовление исходного раствора гистидина

Навеску гистидина массой 38,79 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 — 3 мес.

А.2.3 Приготовление исходного раствора морфолиноэтансульфоновой кислоты моногидрата

Навеску морфолиноэтансульфоновой кислоты моногидрата массой 106,625 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 — 3 мес.

А.3 Приготовление рабочего раствора электролита

В емкость из полимерного материала микродозатором вместимостью от 0,1 до 1 $см^3$ включительно вносят 0,5 $см^3$ раствора гистидина, приготовленного по А.2.2; 0,25 $см^3$ раствора морфолиноэтансульфоновой кислоты моногидрата, приготовленного по А.2.3; 0,25 $см^3$ раствора эфира 18-Краун-6, приготовленного по А.2.1, и микродозатором вместимостью от 1 до 5 $см^3$ включительно вносят 4,0 $см^3$ деионизованной воды.

Полученную смесь интенсивно перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор не более 0,45 мкм. Используют свежеприготовленный раствор.

Все растворы хранят в плотно закрытой посуде из полимерного материала.

[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 описываемых методов.

Приложение Б
(обязательное)

Приготовление градуировочных растворов смеси азотистых летучих оснований для анализа спирта

Б.1 Реактивы и материалы

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Путресцин дигидрохлорид (1,4-Diaminobutane dihydrochloride производства фирмы «Fluka», каталожный № 32810, массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Метиламин гидрохлорид (Methylamine hydrochloride производства фирмы «Fluka», каталожный № 65600, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

Кадаверин дигидрохлорид (Cadaverine dihydrochloride производства фирмы «Fluka», каталожный № 33220, массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

Диметиламин гидрохлорид (Dimethylamine hydrochloride производства фирмы «Fluka», каталожный № 38960, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

Этиламин гидрохлорид (Ethylamine hydrochloride производства фирмы «Fluka», каталожный № 02970, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

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

Пирролидин (Pyrrolidine производства фирмы «Fluka», каталожный № 83240, массовой долей основного вещества не менее 99 %)[1].

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

Изопропаноламин (1-Amino-2-propanol производства фирмы «Fluka», каталожный № 09280, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

Изобутиламин (Isobutylamine производства фирмы «Fluka», каталожный № 58480, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

Изоамиламин (Isopentylamine производства фирмы «Fluka», каталожный № 59102, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

2-Фенилэтиламин (Phenethylamine производства фирмы «Fluka», каталожный № 77900, массовой долей основного вещества не менее 98 %)[1].

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

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

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

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

Фильтры бумажные обеззоленные типа «синяя лента» или фильтры Шотта, размером пор 0,45 мкм.

Бутыли из полиэтилена с плотно завинчивающейся крышкой вместимостью 20, 50,100 и 1000 $см^3$.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Б.2 Приготовление исходных растворов аминов: аммиака, путресцина, метиламина, кадаверина, диметиламина, этиламина, этаноламина, пирролидина, пропиламина, изопропаноламина, изобутиламина, изоамиламина, фенилэтиламина

Б.2.1 Приготовление исходного раствора массовой концентрации ионов аммония в пересчете на аммиак 1,00 г/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ наливают 500—600 $см^3$ деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли хлористого аммония массой 3,141 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.2 Приготовление исходного раствора массовой концентрации путресцина 1,00 г/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ наливают 500—600 $см^3$ деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли путресцина массой 1,827 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

---

[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 описываемых методов.

Б.2.3 Приготовление исходного раствора массовой концентрации метиламина 1,00 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли метиламина массой 2,173 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.4 Приготовление исходного раствора массовой концентрации кадаверина 1,00 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли кадаверина массой 1,714 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.5 Приготовление исходного раствора массовой концентрации диметиламина 1,00 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли диметиламина массой 1,809 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.6 Приготовление исходного раствора массовой концентрации этиламина 1,00 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли этиламина массой 1,809 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.7 Приготовление исходного раствора массовой концентрации этаноламина 1,00 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли этаноламина массой 1,597 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.8 Приготовление исходного раствора массовой концентрации пропиламина 1,00 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и вносят через воронку навеску соли пропиламина массой 1,617 г, тщательно обмывая стенки воронки деионизованной водой. После растворения навески содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.9 Приготовление исходного раствора массовой концентрации пирролидина 1,720 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и микродозатором вместимостью от 1 до 5 см^3 включительно вносят 2 см^3 пирролидина. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.10 Приготовление исходного раствора массовой концентрации изопропаноламина 1,918 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и микродозатором вместимостью от 1 до 5 см^3 включительно вносят 2 см^3 изопропаноламина. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.11 Приготовление исходного раствора массовой концентрации изобутиламина 1,458 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и микродозатором вместимостью от 1 до 5 см^3 включительно вносят 2 см^3 изобутиламина. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.12 Приготовление исходного раствора массовой концентрации изоамиламина 1,498 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и микродозатором вместимостью от 1 до 5 см^3 включительно вносят 2 см^3 изоамиламина. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают

Б.2.13 Приготовление исходного раствора массовой концентрации фенилэтиламина 1,924 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 500—600 см^3 деионизованной воды и микродозатором вместимостью от 1 до 5 см^3 включительно вносят 2 см^3 фенилэтиламина. Содержимое колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Б.2.14 Растворы аминов хранят в плотно закрытой посуде из полимерного материала.

Срок хранения — 6 мес.

Б.3 Приготовление градуировочной смеси аминов (ГСА-1): аммиака, путресцина, метиламина, кадаверина, диметиламина, этиламина, этаноламина, пирролидина, пропиламина, изопропаноламина, изобутиламина, изоамиламина, фенилэтиламина, содержащей:

- аммиак, путресцин, метиламин, кадаверин, диметиламин, этиламин, этаноламин и пропиламин массовой концентрации каждого вещества 1,0 мг/дм^3;
- пирролидин массовой концентрации 1,7 мг/дм^3;
- изопропаноламин массовой концентрации 1,9 мг/дм^3;
- изобутиламин массовой концентрации 1,5 мг/дм^3;
- изоамиламин массовой концентрации 1,5 мг/дм^3;
- фенилэтиламин массовой концентрации 1,9 мг/дм^3.

В мерную пробирку вместимостью 10 см^3 наливают от 2,5 до 3,0 см^3 включительно спирта и вносят микродозатором вместимостью от 0,005 до 0,05 см^3 включительно по 0,01 см^3 каждого раствора веществ, приготовленных по Б.2.1—Б.2.13. Содержимое пробирки доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Получен-

ную смесь фильтруют через мембранный фильтр диаметром пор не более 0,45 мкм. Используют свежеприготовленный раствор.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде из полимерного материала в течение 8 ч.

Б.4 Приготовление градуировочной смеси аминов (ГСА-2): аммиака, путресцина, метиламина, кадаверина, диметиламина, этиламина, этаноламина, пирролидина, пропиламина, изопропаноламина, изобутиламина, изоамиламина, фенилэтиламина , содержащей:

- аммиак, путресцин, метиламин, кадаверин, диметиламин, этиламин, этаноламин и пропиламин массовой концентрации каждого вещества 0,50 мг/дм^3;
- пирролидин массовой концентрации 0,85 мг/дм^3;
- изопропаноламин массовой концентрации 0,95 мг/дм^3;
- изобутиламин массовой концентрации 0,75 мг/дм^3;
- изоамиламин массовой концентрации 0,75 мг/дм^3;
- фенилэтиламин массовой концентрации 0,95 мг/дм^3.

В мерную пробирку вместимостью 10 см^3 микродозатором емкостью от 1 до 5 см^3 включительно вносят 5 см^3 раствора ГСА-1, приготовленного по Б.3. Содержимое пробирки доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Полученную смесь фильтруют через мембранный фильтр диаметром пор не более 0,45 мкм. Используют свежеприготовленный раствор.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде из полимерного материала.

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 9107 9109

Ключевые слова: метод капиллярного электрофореза, летучие азотистые основания, амины, спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья, аммиак, лутресцин, кадаверин, диметиламин, этиламин, этаноламин, пирролидин, пропиламин, изопропаноламин, изобутиламин, изоамиламин, фенилэтиламин

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.11.2007. Подписано в печать 12.12.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 363 экз. Зак. 869.

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

Поправка к ГОСТ Р 52756—2007 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Определение массовой концентрации азотистых летучих оснований методом капиллярного электрофореза

В каком месте	Должно быть					
Пункт 4.8.1. Таблица 1	Определяемые вещества	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм^3	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_{r_i}, %	Предел повторяемости r_i, %, при $P = 0,95$, $n = 2$	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_{R_i}, %	Границы относительной погрешности $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$, $n = 2$
	Азотистые летучие основания: аммиак, путресцин, метиламин, кадаверин, диметиламин, этиламин, этаноламин, пирролидин, пропиламин, изопропаноламин, изобутиламин, изоамиламин, фенилэтиламин	От 0,10 до 0,50 включ.	7	19	12	25
		Св. 0,50 до 1,50 включ.	4	11	7	15
	* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.					

(ИУС № 5 2008 г.)

gost.e-ecolog.ru