

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

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

**Дата введения — 2013—07—01**

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

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

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

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

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

дополнить ссылками:

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

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистоокислый. Технические условия

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

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

Раздел 3 изложить в новой редакции (кроме наименования):

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

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

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

*(Продолжение см. с. 112)*

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

3.5 Анализ образца водки или воды проводят по 4.7».

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

пятый — восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Микродозатор одноканальный с переменным объемом 1—5 см<sup>3</sup>.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,1—1 см<sup>3</sup>.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,005—0,05 см<sup>3</sup>.

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

исключить абзацы:

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

Калий сернокислый, х.ч. по ГОСТ 4145.

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

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

дополнить абзацами:

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

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

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

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

тридцать третий и тридцать четвертый абзацы изложить в новой редакции:

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

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

сноску<sup>1)</sup> исключить.

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

Подпункт 4.3.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

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

второй абзац исключить.

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

Пункт 4.4 дополнить подпунктом — 4.4.2:

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

(Продолжение см. с. 113)

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

«Измерения выполняют при следующих рабочих параметрах прибора:  
напряжение.....20 — 30 кВ  
ввод пробы.....гидродинамический  
детектирование.....кондуктометрическое  
температура капилляра.....20 °С — 25 °С  
давление ввода пробы.....25—40 мБар  
время ввода пробы.....20 — 50 с  
время анализа.....20—35 мин»;

девятый абзац исключить.

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

шестой абзац исключить;

Рисунок 1. Подрисуночная подпись. Исключить слова: «полученная на системе капиллярного электрофореза Prin SEC 560<sup>1)</sup> (Нидерланды)»; сноску<sup>1)</sup> исключить.

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

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

Подпункт 4.8.1. Таблицы 1, 2. Головка. Заменить символ: «± δ, %» на «± δ<sub>*i*</sub>, %».

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

Подпункт 4.8.3 изложить в новой редакции:

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

$$C_{icp} \pm \Delta_{ic} (P = 0,95), \text{ мг/дм}^3;$$

где  $C_{icp}$  — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой концентрации  $i$ -го иона признанных приемлемыми, мг/дм<sup>3</sup>;

$\pm \Delta_{ic}$  — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации  $i$ -го иона, мг/дм<sup>3</sup>.

Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации  $i$ -го иона  $\pm \Delta_{ic}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формулам:

$$\text{для анализа воды: } \pm \Delta_{ic} = \pm 0,01 \cdot \delta_i C_{icp}; \tag{1a}$$

$$\text{для анализа водки: } \pm \Delta_{ic} = \pm 0,01 \cdot \delta_i C_{icp}, \tag{16}$$

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

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

(Продолжение см. с. 114)

Пункт 4.8 дополнить подпунктом — 4.8.4:

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

Раздел 5 изложить в новой редакции:

**«5 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории»**

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

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

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

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

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

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

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

Стандарт дополнить разделом — 7:

**«7 Требования к условиям выполнения измерений»**

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

(Продолжение см. с. 115)

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

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

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

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

Тритон Х-100 с массовой долей основного вещества не менее 99 %»; восьмой — десятый абзацы изложить в новой редакции:

«Микродозатор одноканальный с переменным объемом 1—5 см<sup>3</sup>.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,1—1 см<sup>3</sup>.

Микродозатор одноканальный с переменным объемом 0,005 —0,05 см<sup>3</sup>»; сноску<sup>1)</sup> исключить.

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

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

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

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

Пункт А.3. Первый абзац. Заменить значение: «0,01—1,0 см<sup>3</sup>» на «0,1—1,0 см<sup>3</sup>»;

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

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

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

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

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

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

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

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

*(Продолжение см. с. 116)*

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

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

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

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

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

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

Весы по ГОСТ Р 53228»;

абзац «Микродозатор одноканальный «САРР» с переменным объемом 1—5 см<sup>3</sup>». Исключить слово: «САРР»;

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

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

сноску<sup>1)</sup> исключить.

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

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

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

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

Библиографию исключить.

(ИУС № 2 2013 г.)