МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
30536—
2013**

ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 7 июня 2013 г. № 43)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 338-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30536—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе применения ГОСТ Р 51698—2000*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ИЗДАНИЕ (апрель 2019 г.) с Поправкой (ИУС 3—2015)

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 338-ст ГОСТ Р 51698—2000 отменен с 1 июля 2014 г.

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»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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 Отбор проб и подготовка образцов 2
4 Сущность метода 2
5 Требования безопасности 2
6 Требования к условиям измерений 2
7 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, реактивам и вспомогательным устройствам 3
8 Подготовка к выполнению измерений 3
9 Выполнение измерений 4
10 Обработка результатов измерений 5
11 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости 7
12 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории 8
Приложение А (обязательное) Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики межгосударственного стандартного образца состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте МСО 1748:2011 (комплект РС) 9
Приложение Б (обязательное) Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики межгосударственного стандартного образца состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси МСО 1749:2011 (комплект РВ) 10
Приложение В (справочное) Примеры обработки экспериментальных данных и построения контрольной карты Шухарта (карты пределов) при контроле стабильности промежуточной прецизионности результатов измерений объемной доли метилового спирта в образце водки (пример 1) и массовой концентрации 2-пропанола в образце этилового спирта (пример 2) с изменяющимися факторами «время» и «оператор» 11

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДКА И СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

Vodka and ethanol from food raw material.
Gas-chromatographic express-method for determination of toxic microadmixtures content

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водки и водки особые (далее — водки), этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья (далее — спирт) и устанавливает газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей с использованием капиллярных колонок (для определения метилового спирта, компонентов сивушного масла, уксусного альдегида, сложных эфиров), присутствие которых характерно для водки и этилового ректификованного спирта из пищевого сырья.

Диапазон измеряемых объемных долей метилового спирта составляет от 0,0001 % до 0,0500 %, массовых концентраций остальных токсичных микропримесей — от 0,5 до 10,0 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 3022 Водород технический. Технические условия

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

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***

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12712 Водки и водки особые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

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

ГОСТ 32036 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

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 указателям 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 документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Поправка

3 Отбор проб и подготовка образцов

3.1 Отбор проб для анализа водки — по ГОСТ 32035; для анализа спирта — по ГОСТ 32036.

3.2 Подготавливают образец водки или спирта. Для этого из пробы водки или спирта, отобранной по 3.1, в микровиалу вместимостью 2 $см^3$, предварительно ополоснутую испытуемым образцом, пипеткой вместимостью 1 $см^3$ вносят 1 $см^3$ продукта.

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

3.4 Анализ образца водки или спирта проводят по 9.3.

4 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении микропримесей в образце спирта или водки и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — 15—25 мин.

5 Требования безопасности

При работе на газовом 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 за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

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

6 Требования к условиям измерений

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

7 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, реактивам и вспомогательным устройствам

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ г С/с.

Межгосударственные стандартные образцы (МСО 1748:2011) состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС). Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики СО — в соответствии с приложением А.

Межгосударственные стандартные образцы (МСО 1749:2011) состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ). Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики СО — в соответствии с приложением Б.

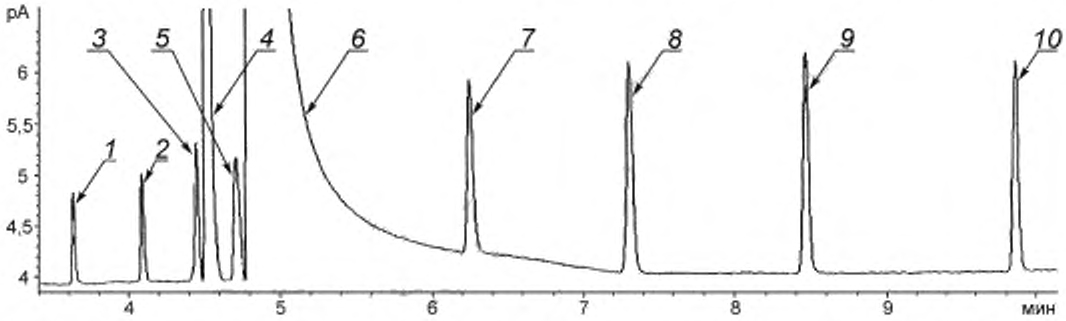
Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 мм^3.

Микровиалы вместимостью 2 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

Компьютер, имеющий программное обеспечение.

Колонка газохроматографическая капиллярная с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.



1 — уксусный альдегид; *2* — метилацетат; *3* — этилацетат; *4* — метанол; *5* — 2-пропанол; *6* — этиловый спирт; *7* — 1-пропанол; *8* — изобутиловый спирт; *9* — 1-бутанол; *10* — изоамиловый спирт

Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой

Газ-носитель — азот о. ч. по ГОСТ 9293. Допускается использовать генераторы азота.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022. Допускается использовать генераторы водорода.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

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

8 Подготовка к выполнению измерений

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

8.2 Кондиционирование капиллярной колонки

8.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 0,048—0,072 дм^3/ч при температуре термостата ко-

лонок 180 °С в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при рабочей температуре термостата колонок.

8.2.2 В процессе работы при нестабильности базовой линии кондиционирование колонки проводят при температуре термостата колонок 220 °С до стабилизации базовой линии (30—40 мин), не отсоединяя колонку от детектора.

9 Выполнение измерений

9.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура термостата колонок, °С ..... 70—75;
температура испарителя (инжектора), °С ..... 120—200;
коэффициент деления потока 20:1;
температура детектора, °С ..... 220—250;
скорость потока воздуха, $дм^3/ч$ 18;
скорость потока водорода, $дм^3/ч$ 1,8;
скорость потока газа-носителя (азот), $дм^3/ч$ ..... 0,048—0,084;
объем пробы, $мм^3$ ..... 0,5—1.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры и потока газа-носителя, обеспечивающих разделение и последовательность выхода веществ, аналогичное приведенному на рисунке 1.

9.2 Градуировка хроматографа

Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей. В качестве градуировочных смесей используют СО состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС) — для анализа спирта и СО состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ) — для анализа водки.

Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ.

Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси представлена на рисунке 1.

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

Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

9.3 Анализ образца

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10, 5 или 1 $мм^3$, вводят 1 $мм^3$ образца водки или спирта и выполняют хроматографическое разделение в условиях, указанных в 9.1. Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси. Образец анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1.

Если измеренная концентрация анализируемых веществ в пробах спирта или водки превышает верхнюю границу диапазона измерений (см. таблицу 1), пробу разбавляют не более чем в 10 раз спиртом или водно-спиртовым раствором. Коэффициент разбавления учитывают при расчете объемной доли метанола и массовой концентрации анализируемых веществ. При разбавлении учитывают содержание встречных примесей в разбавителе.

Таблица 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости), σ_r, σ_r,%	Предел повторяемости r_i, r,% (P = 0,95, n = 2)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_{Ri}, σ_R,%	Границы относительной погрешности $\pm\delta_i$, $\pm\delta$, % (P = 0,95)
Сивушное масло: изопропиловый спирт (2-пропанол), мг/дм^3 пропиловый спирт (1-пропанол), мг/дм^3 изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол),мг/дм^3 бутиловый спирт (1-бутанол), мг/дм^3 изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол), мг/дм^3 Сложные эфиры: метиловый эфир уксусной кислоты (метилацетат), мг/дм^3 этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), мг/дм^3 Уксусный альдегид (ацетальдегид), мг/дм^3	От 0,5 до 10 включ.	5	15	7	15
Метиловый спирт (метанол), объемная доля, %	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 » 0,01 » » 0,01 » 0,05 »	7 5 4	20 15 10	10 6 5	20 15 10

* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящего в комплект хроматографа персонального компьютера в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Диапазоны измеряемых массовых концентраций определяемых токсичных веществ и объемных долей метилового спирта, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости, границы относительной погрешности метода приведены в таблице 1.

10.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации i-го вещества или объемной доли метилового спирта, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

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

$$\frac{2\cdot|X_1-X_2|\cdot 100}{(X_1+X_2)}\le r\,, \qquad (1а)$$

где 2 — число параллельных определений;

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

X_1, X_2 — результаты параллельных определений объемной доли метилового спирта в анализируемой пробе, %;

100 — множитель для пересчета в проценты;

r_i, r — значения предела повторяемости (таблица 1) i-го вещества и метилового спирта, %.

Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 9.3.

10.3 Результаты измерений содержания токсичных микропримесей представляют в виде

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

$$X_{\text{ср}} \pm \Delta_x\ (P = 0{,}95),\ \text{объемная доля, \%},$$

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

$X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений объемной доли метанола, признанных приемлемыми, %;

$\pm\Delta_{ic}$ — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации *i*-го вещества (кроме метанола), мг/дм^3;

$\pm\Delta_x$ — границы абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метанола, %.

10.4 Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации *i*-го вещества (кроме метанола) $\pm\Delta_{ic}$, мг/дм^3, и значение абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метанола $\pm\Delta_x$, %, рассчитывают по формулам:

$$\pm\Delta_{ic} = \pm\, 0{,}01 \cdot \delta_i \cdot C_{i\text{ср}}, \tag{2}$$

$$\pm\Delta_x = \pm\, 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{\text{ср}}, \tag{2а}$$

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

$\pm\delta_i$, $\pm\,\delta$ — границы относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации *i*-го вещества и объемной доли метилового спирта, % (таблица 1).

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

Результаты измерений массовой концентрации сложных эфиров представляют как сумму измеренных массовых концентраций сложных эфиров, мг/дм^3, в соответствии с ГОСТ 5962 — для спирта и ГОСТ 12712 — для водки.

Результаты измерений массовой концентрации компонентов сивушного масла представляют как сумму измеренных массовых концентраций компонентов сивушного масла, мг/дм^3, в соответствии с ГОСТ 5962 — для спирта и ГОСТ 12712 — для водки.

В случае, если содержание компонента ниже или выше границ диапазона измерений массовых концентраций или объемных долей, установленных в таблице 1, результаты представляют в виде

- $C_{i\text{ср}} < 0{,}5$ мг/дм^3 или $C_{i\text{ср}} > 10$ мг/дм^3 — для массовой концентрации *i*-го компонента;
- $X_{\text{ср}} < 0{,}0001$ % или $X_{\text{ср}} > 0{,}05$ % — для объемной доли метилового спирта.

При вычислении суммы сложных эфиров и компонентов сивушного масла результаты $C_{i\text{ср}} < 0{,}5$ мг/дм^3 не учитывают.

Результаты измерений содержания токсичных микропримесей, признанных приемлемыми в соответствии с 10.2, в документах, предусматривающих их использование, представляют в пересчете на безводный спирт в соответствии с ГОСТ 5962 — для спирта и ГОСТ 12712 — для водки.

Для пересчета на безводный спирт результаты измерений умножают на коэффициент пересчета *П* по формулам:

$$C_{\text{б.с}} = C_{i\text{ср}} \cdot П \tag{3}$$

и

$$X_{\text{б.с.}} = X_{\text{ср}} \cdot П, \tag{3а}$$

где $C_{\text{б.с}}$ — массовая концентрация *i*-го вещества (кроме метанола), мг/дм^3, в пересчете на безводный спирт;

$X_{\text{б с.}}$ — объемная доля метанола, %, в пересчете на безводный спирт;

П — коэффициент пересчета, определяемый по формуле

$$П = 100{:}P, \tag{4}$$

где 100 — объемная доля безводного спирта, %;

P — объемная доля этилового спирта в анализируемой пробе, %, определяемая по ГОСТ 32036 — для спирта и ГОСТ 32035 — для водки.

10.6 Результаты измерений содержания токсичных микропримесей в пересчете на безводный спирт представляют в виде

$$C_{i\text{б.с.}} \pm 0{,}01 \cdot \delta, \quad C_{i\text{б.с.}} \tag{5}$$

и

$$X_{\text{б.с}} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{\text{б.с.}}. \tag{5а}$$

11 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

11.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

11.2 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы по 3.1, оставленные на хранение.

11.3 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях в соответствии с 9.3 и разделом 10, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{i0,95}$ или $CD_{0,95}$ по формулам:

$$|C_{i\text{ср}1} - C_{i\text{ср}2}| \le CD_{i0,95}; \tag{6}$$

$$|X_{\text{ср}1} - X_{\text{ср}2}| \le CD_{0,95}, \tag{6а}$$

где $C_{i\text{ср}1}$, $C_{i\text{ср}2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации i-го вещества, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 9.3 и разделом 10, мг/дм^3;

$X_{\text{ср}1}$, $X_{\text{ср}2}$ — среднеарифметические значения объемной доли метилового спирта, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 9.3 и разделом 10, %;

$CD_{i0,95}$, $CD_{0,95}$ — значения критической разности для массовой концентрации i-го вещества, мг/дм^3, и объемной доли метилового спирта, %, которые вычисляют по формулам

$$CD_{i0,95} = 2{,}77 \cdot 0{,}01 \cdot C_{i\text{ср}1,2} \sqrt{\sigma_{R_i}^2 - \sigma_{r_i}^2 / 2}; \tag{7}$$

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \cdot 0{,}01 \cdot X_{\text{ср}1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 / 2}, \tag{7а}$$

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

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

σ_{R_i}, σ_R — показатели воспроизводимости (таблица 1) i-го вещества и метилового спирта, %;

σ_{r_i}, σ_r — показатели повторяемости (таблица 1) i-го вещества и метилового спирта, %;

$C_{i\text{ср}1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения массовой концентрации i-го вещества, полученных в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$X_{\text{ср}1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли метилового спирта, полученных в первой и второй лабораториях, %, вычисляют по формулам:

$$C_{i\text{ср}1,2} = \frac{C_{i\text{ср}1} + C_{i\text{ср}2}}{2}; \tag{8}$$

$$X_{\text{ср}1,2} = \frac{X_{\text{ср}1} + X_{\text{ср}2}}{2}. \tag{8а}$$

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

12 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 ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3) и контроля стабильности показателя правильности по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 6.2.4 или 6.2.5) с применением контрольных карт Шухарта.

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

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 приложению В.

Рекомендуется проводить проверку стабильности по результатам анализа образцов водки или спирта на содержание метилового спирта или 2-пропанола. При одновременном контроле лабораторией водок и этилового спирта построение карты Шухарта проводят только для одного из этих продуктов.

Контроль стабильности показателя правильности результатов измерений проводят, используя в качестве образца для контроля один из трех образцов комплекта РС [межгосударственный стандартный образец (МСО 1748:2011) состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте] или один из трех образцов комплекта РВ [межгосударственный стандартный образец (МСО 1749:2011) состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси], не используемых при градуировке хроматографа в соответствии с 9.2.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности показателя правильности — по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 6.2.4.3 и 6.2.5.3).

Приложение А
(обязательное)

Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики межгосударственного стандартного образца состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте МСО 1748:2011 (комплект РС)

А.1 Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики межгосударственного стандартного образца состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте МСО 1748:2011 (комплект РС) приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Аттестуемая характеристика СО, обозначение единицы физической величины	Допускаемые границы аттестованного значения		
	РС-1	РС-2	РС-3
Массовая концентрация уксусного альдегида (ацетальдегида), мг/дм^3	7,0—10,0	3,5—5,5	0,70—1,50
Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата), мг/дм^3	8,0—10,0	4,0—5,0	0,80—1,00
Массовая концентрация метилового эфира уксусной кислоты (метилацетата), мг/дм^3	8,0—10,0	4,0—5,0	0,80—1,00
Объемная доля метилового спирта (метанола), %	0,0090—0,0150	0,0045— 0,0100	0,0005—0,0015
Массовая концентрация изопропилового спирта (2-пропанола), мг/дм^3	7,5—10,5	3,5—6,5	0,75—3,5
Массовая концентрация пропилового спирта (1-пропанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,90
Массовая концентрация изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,85
Массовая концентрация бутилового спирта (1-бутанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,85
Массовая концентрация изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,85

Допускаемое значение относительной погрешности аттестованных значений СО равно ± 5,0 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Приложение Б
(обязательное)

Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики межгосударственного стандартного образца состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси МСО 1749:2011 (комплект РВ)

Б.1 Компонентный состав и нормированные метрологические характеристики межгосударственного стандартного образца состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси МСО 1749:2011 (комплект РВ) приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Аттестуемая характеристика СО, обозначение единицы физической величины	Допускаемые границы аттестованного значения		
	РВ-1	РВ-2	РВ-3
Массовая концентрация уксусного альдегида (ацетальдегида), мг/дм^3	7,0—10,0	3,5—5,5	0,70—2,0
Массовая концентрация метилового эфира уксусной кислоты (метилацетата), мг/дм^3	8,0—10,0	4,0—5,0	0,80—1,0
Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата), мг/дм^3	8,5—10,0	4,0—5,0	0,80—1,0
Объемная доля метилового спирта (метанола), %	0,0090—0,0150	0,0045—0,0100	0,0005—0,0015
Массовая концентрация изопропилового спирта (2-пропанола), мг/дм^3	7,5—10,5	3,5—6,5	0,75—3,5
Массовая концентрация пропилового спирта (1-пропанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,90
Массовая концентрация изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,85
Массовая концентрация бутилового спирта (1-бутанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,85
Массовая концентрация изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола), мг/дм^3	7,5—8,5	3,5—4,5	0,75—0,85

Допускаемое значение относительной погрешности аттестованных значений СО равно ± 5,0 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Приложение В
(справочное)

Примеры обработки экспериментальных данных и построения контрольной карты Шухарта (карты пределов) при контроле стабильности промежуточной прецизионности результатов измерений объемной доли метилового спирта в образце водки (пример 1) и массовой концентрации 2-пропанола в образце этилового спирта (пример 2) с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

В.1 Для расчета параметров контрольной карты используют стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $\sigma_{I(TO)}$, которое устанавливают предварительно, до начала первого контрольного периода.

Стабильность стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $\sigma_{I(TO)}$ оценивают сравнением полученных расхождений $w_{i\text{отн}}$ (пример 1) и $w_{i\%}$ (пример 2) с рассчитанными значениями пределов действия $UCL_д$ и предупреждения $UCL_{пр}$. Стабильность считают подтвержденной, если выполняется условие: $w_{i\text{отн}}$ ($w_{i\%}$) ≤ $UCL_д$ и случаи превышения предела предупреждения $UCL_{пр}$ [$w_{i\text{отн}}$ ($w_{i\%}$) > $UCL_{пр}$] носят нерегулярный, случайный характер.

Пример 1. Обработка экспериментальных данных и построение контрольной карты Шухарта (карты пределов) при контроле стабильности результатов определения объемной доли метилового спирта в образце водки с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

Экспериментальные данные для расчета $\sigma_{I(TO)}$, представленные в таблице В.1, получены следующим образом. Один из двух результатов параллельных определений, полученных при анализе исследуемого образца водки, вносят в таблицу в качестве значения X_1 для соответствующего номера подгруппы. Второй результат (единичное определение X_2) получают при анализе этого же образца водки другим оператором на следующий день. Для следующей подгруппы аналогичным образом получают свои значения X_1 и X_2 с использованием другого анализируемого образца водки. Набирают m (20 – 30) подгрупп. В связи с широким диапазоном содержания метанола в анализируемых образцах водки для сопоставления результатов определения объемной доли метанола при обработке данных расхождения $w_{i\%об} = |X_1 - X_2|$ для пар X_1 и X_2 в m подгруппах выражают в относительных процентах, $w_{i\text{отн}}$, к среднему значению объемной доли метилового спирта в подгруппе

$$w_{i\text{отн}} = w_{i\%об}\ 100 / \frac{X_1 + X_2}{2},$$

где 100 — множитель для пересчета в проценты.

Проверяют однородность дисперсий по критерию Кохрена G_{max} (для уровня значимости α = 0,05 согласно ГОСТ ИСО 5725-2 (таблица 4) при $n = 2$ и $p = m$ (для данного расчета) по формуле

$$G_{max} = \frac{\sigma^2_{I(TO)max}}{\sum_1^m \sigma^2_{I(TO)}} = \frac{w^2_{i\text{отн max}} / 2}{\sum_1^m w^2_{i\text{отн}} / 2} = \frac{w^2_{i\text{отн max}}}{\sum_1^m w^2_{i\text{отн}}}, \quad (В.1)$$

где $\sigma^2_{I(TO)max} = w^2_{i\text{отн. max}}/2$ — максимальное значение дисперсии;

$\sum_1^m \sigma^2_{I(TO)} = \sum_1^m w^2_{i\text{отн}} / 2$ — сумма дисперсий.

При подтверждении однородности дисперсий по расхождениям $w_{i\text{отн}}$ рассчитывают стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $\sigma_{I(TO)}$, %, по формуле

$$\sigma_{I(TO)} = \sqrt{\frac{1}{2m}\sum_1^m w^2_{i\text{отн}}}. \quad (В.2)$$

При неоднородности дисперсий (G_{max} больше табличного значения) максимальное значение $w^2_{i\text{отн. max}}$ отбрасывают и проводят оценку однородности дисперсий повторно при использовании $w^2_{i\text{отн. max}}$ из оставшихся значений $w^2_{i\text{отн}}$. Исключение максимальных значений $w^2_{i\text{отн}}$ продолжают до подтверждения однородности дисперсий. В случае отбрасывания $w^2_{i\text{отн. max}}$ ℓ значений $\sigma_{I(TO)}$ рассчитывают по формуле

$$\sigma_{I(TO)} = \sqrt{\frac{1}{2(m-\ell)}\sum_1^{m-\ell} w^2_{i\text{отн}}}, \quad (В.3)$$

где ℓ — число отброшенных значений $w^2_{i\text{отн. max}}$ (количество подгрупп).

Таблица В.1

1 Характеристика качества: объемная доля метанола в водке.
2 Единица физической величины: % об.
3 Метод анализа: ГОСТ 30536—2013.
4 Период.
5 Лаборатория.

Номер подгруппы	Результаты определений объемной доли метанола, % об.		$w_{R\%об.}$, % об.	$\frac{X_1 + X_2}{2}$, % об.	$w_{i\,отн}$	$w^2_{i\,отн}$
	X_1	X_2				
1	0,00809	0,00824	0,00015	0,00817	1,8	3,24
2	0,00118	0,00118	0,0	0,00118	0,0	0,0
3	0,00333	0,00334	0,00001	0,00334	0,3	0,09
4	0,00037	0,00035	0,00002	0,00036	5,6	31,36
5	0,00213	0,00210	0,00003	0,00212	1,4	1,96
6	0,00220	0,00210	0,00010	0,00215	4,7	22,09
7	0,00443	0,00463	0,00020	0,00453	4,4	19,36
8	0,00340	0,00298	0,00042	0,00319	13,2	174,24
9	0,00051	0,00049	0,00002	0,00050	4,0	16,0
10	0,00407	0,00365	0,00042	0,00386	10,9	118,81
11	0,00143	0,00151	0,00008	0,00147	5,4	29,16
12	0,00370	0,00318	0,00052	0,00344	15,1	228,01
13	0,00145	0,00127	0,00018	0,00136	13,2	174,24
14	0,00183	0,00188	0,00005	0,00186	2,7	7,29
15	0,01235	0,01035	0,00200	0,01135	17,6	309,76
16	0,00081	0,00077	0,00004	0,00079	5,1	26,01
17	0,00172	0,00163	0,00009	0,00168	5,4	29,16
18	0,00166	0,00174	0,00008	0,00170	4,7	22,09
19	0,00243	0,00252	0,00009	0,00248	3,6	12,96
20	0,00234	0,00255	0,00021	0,00245	8,6	73,96
Сумма					127,7	1299,79

В описываемом примере дисперсии однородны (G_{max} = 0,238 меньше $G_{табл.}$ = 0,389).

Параметры контрольной карты пределов рассчитывают по формулам

а) средняя линия: $L = 1{,}128 \cdot \sigma_{I(TO)}$;

б) пределы действия:

$$UCL_д = 3{,}686 \cdot \sigma_{I(TO)};$$

$LCL_д$ — отсутствует;

в) пределы предупреждения:

$$UCL_{пр} = 2{,}834 \cdot \sigma_{I(TO)};$$

$LCL_{пр}$ — отсутствует,

где 1,128; 3,686; 2,834 — соответствующие коэффициенты для расчета параметров карты Шухарта [ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2.3)].

В рассматриваемом примере рассчитанное стандартное отклонение промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $\sigma_{I(TO)}$ = 5,70 %, для параметров контрольной карты пределов получают следующие значения:

а) средняя линия: $L = 1{,}128 \cdot 5{,}70 = 6{,}43$ %;

б) пределы действия:

$$UCL_д = 3{,}686 \cdot 5{,}70 = 21{,}0\ \%;$$

$LCL_д$ — отсутствует;

в) пределы предупреждения:

$$UCL_{пр} = 2{,}834 \cdot 5{,}70 = 16{,}2\ \%;$$

$LCL_{пр}$ — отсутствует.

Данными [m(20 – 30) пар X_1 и X_2], полученными при контроле стабильности таким же способом, как при расчете стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $\sigma_{I(TO)}$, заполняют таблицу В.2 и наносят на контрольную карту (в координатах: номер подгруппы — расхождение $w_{iотн}$) точки, соответствующие значениям $w_{iотн}$ для каждого номера подгруппы. Полученная карта пределов представлена на рисунке В.1.

Таблица В.2

1 Характеристика качества: объемная доля метанола в водке.
2 Единица физической величины: % об.
3 Метод анализа. ГОСТ 30536-2013.
4 Период:
5 Лаборатория:

Номер подгруппы	Результаты определений объемной доли метанола, % об.		w_i, % об.	$\frac{x_1 + x_2}{2}$, % об.	$w_{iотн}$	Примечание
	X_1	X_2				
1	0,00335	0,00347	0,00012	0,00341	3,5	
2	0,00701	0,00729	0,00028	0,00715	3,9	
3	0,00980	0,00962	0,00018	0,00971	1,9	
4	0,00160	0,00151	0,00009	0,00156	5,8	
5	0,00230	0,00290	0,00060	0,00260	23,1	Выше предела действия[1)]
6	0,00490	0,00470	0,00020	0,00480	4,2	
7	0,00047	0,00051	0,00004	0,00049	8,2	
8	0,00453	0,00398	0,00055	0,00426	12,9	
9	0,00363	0,00371	0,00008	0,00367	2,2	
10	0,00303	0,00323	0,00020	0,00313	6,4	
11	0,00405	0,00397	0,00008	0,00401	2,0	
12	0,00412	0,00366	0,00046	0,00389	11,8	
13	0,00250	0,00230	0,00020	0,00240	8,3	
14	0,00870	0,00850	0,00020	0,00860	2,3	
15	0,00215	0,00202	0,00013	0,00209	6,2	
16	0,00160	0,00151	0,00009	0,00156	5,8	
17	0,00509	0,00481	0,00028	0,00495	5,7	
18	0,00490	0,00490	0,00000	0,00490	0,0	
19	0,01080	0,01130	0,00050	0,01110	4,5	
20	0,00910	0,01050	0,00140	0,00980	14,3	
Сумма $\Sigma w_{iотн}$					133,0	
Среднее значение $\bar{w}_{iотн}$					6,65	

[1)] Результат X_1 занижен из-за деформации септы.

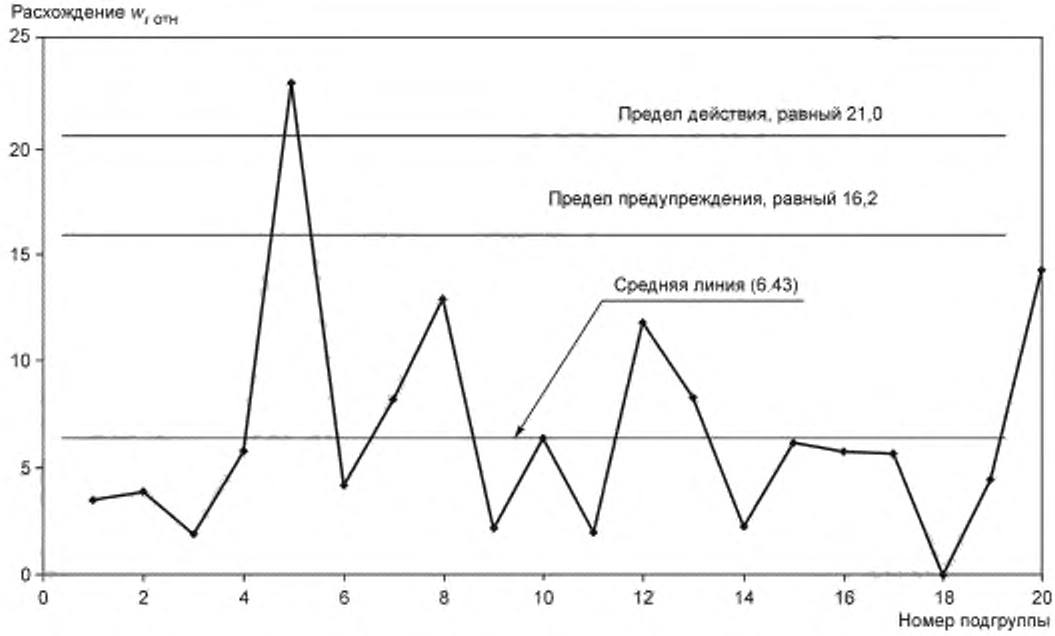


Рисунок В.1 — Карта пределов определения объемной доли метилового спирта, %, в водке, полученных в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

Оценку стандартного отклонения промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор» $S_{I(TO)}$ рассчитывают по формуле

$$S_{I(TO)} = \overline{w}_{iотн}/1{,}128. \qquad (B.4)$$

Для данного примера $S_{I(TO)}$ = 5,90 %.

При стабильных результатах измерений оценка $S_{I(TO)}$ может использоваться в качестве стандартного отклонения промежуточной прецизионности для расчета параметров контрольной карты пределов для следующего контрольного периода.

При нестабильных результатах измерений вычисляют значение $S_{I(TO)}$ после исключения подгруппы с расхождением, превышающим предел действия. Допускается исключать не более двух подгрупп, при большем их количестве анализируют и устраняют причины нестабильности, проводят новый набор ($m \geq 20$) пар X_1 и X_2 и рассчитывают новые значения $S_{I(TO)}$.

На рисунке В.1 на карте пределов, построенной по данным, приведенным в таблице В.2, в подгруппе 5 расхождение превысило предел действия $UCL_д$ (21,0 %).

Карта, приведенная на рисунке В.1, свидетельствует, что результаты измерений не являются стабильными, так как имеется одна точка выше предела действия. Поэтому для расчета параметров контрольной карты пределов для следующего периода значение стандартного отклонения промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$ вычисляют после исключения подгруппы 5. Новое значение $S_{I(TO)}$ (для 19 подгрупп) составляет 5,12 %. Параметры контрольной карты пределов для следующего контрольного периода соответственно составят:

а) средняя линия: L = 1,128 · 5,12 = 5,78 %;

б) пределы действия:

$$UCL_д = 3{,}686 \cdot 5{,}12 = 18{,}9\ \%;$$

$LCL_д$ — отсутствует;

в) пределы предупреждения:

$$UCL_{пр} = 2{,}834 \cdot 5{,}12 = 14{,}5\ \%;$$

$LCL_{пр}$ — отсутствует.

Пример 2. Обработка экспериментальных данных и построение контрольной карты Шухарта (карты пределов) при контроле стабильности результатов определения массовой концентрации 2-пропанола в образце этилового спирта с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

При обработке экспериментальных данных расхождения w_i, мг/дм^3, выражают в процентах к среднему значению массовой концентрации 2-пропанола в подгруппе

$$w_{i\,\%} = w_i \cdot 100 / \frac{C_1 + C_2}{2},$$

где 100 — множитель для пересчета в проценты;

$w_i = |C_1 - C_2|$ для пар C_1 и C_2 в m подгруппах.

Значение $\sigma_{I(TO)}$ было получено способом, аналогичным изложенному в примере 1, $\sigma_{I(TO)} = 3{,}40$ %, параметры контрольной карты пределов рассчитывают следующим образом:

а) средняя линия: $L = 1{,}128 \cdot 3{,}40 = 3{,}83$ %;

б) пределы действия:

$$UCL_д = 3{,}686 \cdot 3{,}40 = 12{,}5\ \%;$$

$LCL_д$ — отсутствует;

в) пределы предупреждения:

$$UCL_{пр} = 2{,}834 \cdot 3{,}40 = 9{,}64\ \%;$$

$LCL_{пр}$ — отсутствует.

Экспериментальные данные, полученные для построения контрольной карты Шухарта, заносят в таблицу В.3, их обработку и построение контрольной карты проводят так, как изложено в примере 1.

Таблица В.3

1 Характеристика качества: массовая концентрация 2-пропанола в спирте.
2 Единица физической величины: мг/дм^3
3 Метод анализа: ГОСТ 30536—2013.
4 Период:
5 Лаборатория:

Номер подгруппы	Результаты определений массовой концентрации 2-пропанола, мг/дм^3		w_i мг/дм^3	$\frac{C_1 + C_2}{2}$, мг/дм^3	w_i, %	Примечание
	C_1	C_2				
1	1,26	1,17	0,09	1,22	7,4	
2	2,86	2,92	0,06	2,89	2,1	
3	2,25	2,25	0,00	2,25	0,0	
4	2,43	2,52	0,09	2,48	3,6	
5	4,30	4,42	0,12	4,36	2,8	
6	1,75	1,82	0,07	1,79	3,9	
7	5,55	5,41	0,14	5,48	2,6	
8	1,93	2,05	0,12	1,99	6,0	
9	3,53	3,61	0,08	3,57	2,2	
10	5,02	4,86	0,16	4,94	3,2	
11	3,19	3,30	0,11	3,25	3,4	
12	1,58	1,75	0,17	1,67	10,2	
13	3,47	3,39	0,08	3,43	2,3	
14	7,65	7,53	0,12	7,59	1,6	
15	3,04	2,92	0,12	2,98	4,0	
16	5,43	5,31	0,12	5,37	2,2	
17	3,37	3,57	0,20	3,47	5,8	
18	6,48	6,40	0,08	6,44	1,2	
19	1,11	1,03	0,08	1,07	7,5	
20	5,98	6,10	0,12	6,04	2,0	
Сумма $\Sigma w_{i\%}$					74,0	
Среднее значение $\overline{w}_i$, %					3,70	

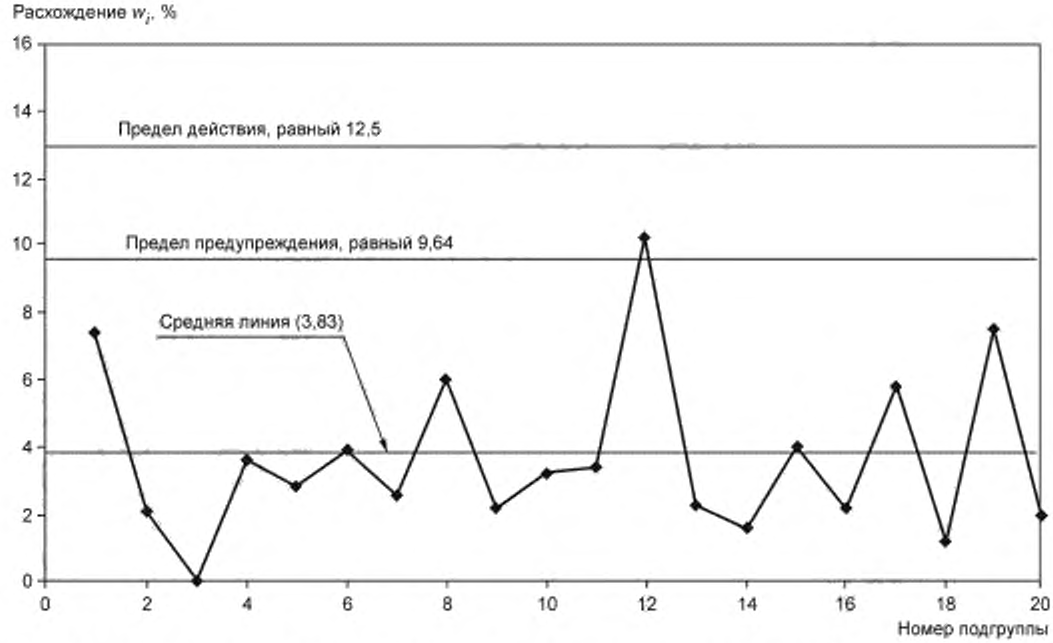


Рисунок В.2 — Карта пределов определения массовой концентрации 2-пропанола, мг/дм^3, в спирте, полученных в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время» и «оператор»

В данном случае превышение предела действия отсутствует, а превышение (однократное) предела предупреждения носит нерегулярный, случайный характер. Поэтому построенная карта пределов (рисунок В.2) дает основание считать результаты измерений стабильными.

Для расчета параметров контрольной карты пределов для следующего периода вычисляют значение стандартного отклонения промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$. Значение $S_{I(TO)}$ составляет 3,28 %. Параметры контрольной карты пределов для следующего контрольного периода соответственно составят:

а) средняя линия: L = 1,128 · 3,28 = 3,70 %;

б) пределы действия:

$$UCL_д = 3{,}686 \cdot 3{,}28 = 12{,}1\ \%;$$

$LCL_д$ — отсутствует;

в) пределы предупреждения:

$$UCL_{пр} = 2{,}834 \cdot 3{,}28 = 9{,}30\ \%;$$

$LCL_{пр}$ — отсутствует.

УДК 663.5.543.06:006.354 МКС 67.160.10 71.080.60 Н79

Ключевые слова: водки, спирт этиловый ректификованный, уксусный альдегид (ацетальдегид), метиловый эфир уксусной кислоты (метилацетат), этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), метиловый спирт (метанол), изопропиловый спирт (2-пропанол), пропиловый спирт (1-пропанол), изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол), бутиловый спирт (1-бутанол), изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол), хроматограмма анализа, газохроматографический метод

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 01.04.2019. Подписано в печать 23.07.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,23.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

МКС 67.160.10
71.080.60

Изменение № 1 ГОСТ 30536—2013 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 59-2021 от 14.07.2021)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 15675

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Заменить ссылки:

«ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009» на «ГОСТ ISO/IEC 17025».

Раздел 11. Пункт 11.3. Заменить ссылку:

«ГОСТ ИСО 5725-6» на «ГОСТ ИСО 5725-6—2003» (3 раза).

Раздел 12. Заменить ссылки:

«ГОСТ ИСО 5725-6» на «ГОСТ ИСО 5725-6—2003» (3 раза);

«ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (пункт 4.2)» на «ГОСТ ISO/IEC 17025».

Приложение А. Таблица А.1. Графа «Допускаемые границы аттестованного значения». Первая строка. Заменить значения для РС-3: «0,70—1,50» на «0,70—1,80»;

четвертая строка. Заменить значения для РС-2: «0,0045—0,0100» на «0,0045—0,0110»; для РС-3: «0,0005—0,0015» на «0,0009—0,0060».

Приложение Б. Таблица Б.1. Графа «Допускаемые границы аттестованного значения». Первая строка. Заменить значения для РВ-3: «0,70—2,0» на «0,70—2,8»;

четвертая строка. Заменить значения для РВ-3: «0,0005—0,0015» на «0,0009—0,0030».

(ИУС № 12 2021 г.)

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2022—01—01.

МКС 67.160.10
71.080.60

Изменение № 1 ГОСТ 30536—2013 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 59-2021 от 14.07.2021)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 15675

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Заменить ссылки:

«ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009» на «ГОСТ ISO/IEC 17025».

Раздел 11. Пункт 11.3. Заменить ссылку:

«ГОСТ ИСО 5725-6» на «ГОСТ ИСО 5725-6—2003» (3 раза).

Раздел 12. Заменить ссылки:

«ГОСТ ИСО 5725-6» на «ГОСТ ИСО 5725-6—2003» (3 раза);

«ГОСТ ИСО/МЭК 17025 (пункт 4.2)» на «ГОСТ ISO/IEC 17025».

Приложение А. Таблица А.1. Графа «Допускаемые границы аттестованного значения». Первая строка. Заменить значения для РС-3: «0,70—1,50» на «0,70—1,80»;

четвертая строка. Заменить значения для РС-2: «0,0045—0,0100» на «0,0045—0,0110»; для РС-3: «0,0005—0,0015» на «0,0009—0,0060».

Приложение Б. Таблица Б.1. Графа «Допускаемые границы аттестованного значения». Первая строка. Заменить значения для РВ-3: «0,70—2,0» на «0,70—2,8»;

четвертая строка. Заменить значения для РВ-3: «0,0005—0,0015» на «0,0009—0,0030».

(ИУС № 12 2021 г.)

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2022—01—01.

Поправка к ГОСТ 30536—2013 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2	ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения	ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения* * На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».
	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 5725-2—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений** ** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «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 ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*** *** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

(ИУС № 3 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru