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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34425—
2018**

ЖИДКОСТИ ОХЛАЖДАЮЩИЕ

Метод определения содержания метилового спирта

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией Некоммерческого партнерства «Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» (Ассоциация «НП КИЦ СНГ») совместно с Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский и проектный институт карбамида и продуктов органического синтеза» (ОАО «НИИК»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-П)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 июня 2018 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34425—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 15 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Аппаратура, реактивы и материалы 2
5 Требования к условиям измерений 3
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Порядок выполнения измерений 5
8 Вычисление результатов измерений 6
9 Требования безопасности, охраны окружающей среды 7
10 Контроль точности результатов измерений 7
11 Контроль стабильности градуировочной характеристики 8
Приложение А (справочное) Хроматограмма градуировочного раствора метилового спирта 10

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

ЖИДКОСТИ ОХЛАЖДАЮЩИЕ

Метод определения содержания метилового спирта

Cooling liquids. Method for determination of methyl alcohol content

Дата введения —2018—07—15

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на охлаждающие жидкости и устанавливает метод определения массовой доли метилового спирта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004—2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

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

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

ГОСТ 12.1.038—82 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17433—80 (СТ СЭВ 1704—79) Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Сущность метода

Массовую долю метилового спирта в охлаждающих жидкостях определяют методом газовой хроматографии (ГХ) с использованием пламенно-ионизационного детектора. Идентификацию метилового спирта осуществляют по времени удерживания, расчет массовой доли проводят по соотношению высот или площадей хроматографических пиков на хроматограммах градуировочных растворов и пробы.

4 Аппаратура, реактивы и материалы

4.1 Средства измерений

Хроматограф газовый, любого утвержденного типа, например, Хромос ГХ-1000 с пламенно-ионизационным детектором, хроматографической колонкой и программно-аппаратным комплексом сбора и обработки результатов.

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 или аналогичная.

Микрошприц, любого утвержденного типа, например серии МШ, диапазон дозируемого объема до 10 $мм^3$.

Весы лабораторные общего назначения, любого утвержденного типа, класс точности специальный, дискретность 0,1 мг, НПВ 210 г.

Весы лабораторные общего назначения, любого утвержденного типа, класс точности средний, дискретность 10 мг, НПВ 1100 г.

4.2 Лабораторная посуда

Колба 2-50(100, 200, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.
Колба П-1-100-14/23 по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.
Пипетка 1-1-1-1(2, 5, 10, 25) по ГОСТ 29227.
Стакан 5 по ГОСТ 9147.

4.3 Вспомогательное оборудование

Шкаф сушильный, предназначенный для высушивания материалов и изделий при температуре от 50 °С до 350 °С.

4.4 Реактивы и вспомогательные материалы

Стандартный образец состава метилового спирта чистотой не менее 99,8 %, абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли не более 0,1 %.

Вода деминерализованная.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.
Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х.ч.
Ацетон по ГОСТ 2603, х.ч.
Воздух сжатый по ГОСТ 17433.
Водород технический по ГОСТ 3022.
Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Требования к условиям измерений

5.1 При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха не более 80 %.

5.2 При выполнении измерений следует соблюдать условия, указанные в технической документации на хроматограф.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление хромовой смеси

Навеску 5,00 г двухромовокислого калия, взвешенного до второго десятичного знака, переносят в фарфоровый стакан, растворяют в 100 см^3 деминерализованной воды и в полученный раствор осторожно вливают с помощью цилиндра 100 см^3 концентрированной серной кислоты.

6.2 Подготовка стеклянной посуды

Стеклянную посуду заливают хромовой смесью и выдерживают 1 ч. Затем посуду извлекают из хромовой смеси и промывают водопроводной водой, ополаскивают ацетоном и дистиллированной водой, сушат в сушильном шкафу. После каждого анализа использованную посуду подвергают той же обработке. Чистую посуду хранят в закрытом виде.

6.3 Приготовление градуировочных растворов метилового спирта в воде

Основной раствор метилового спирта. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 40—50 см^3 деминерализованной воды. Добавляют 5,00 г стандартного образца состава метилового спирта, взвешенного до второго десятичного знака. Объем доводят деминерализованной водой до метки и тщательно перемешивают. Получают основной раствор метилового спирта в деминерализованной воде с массовой долей 5,0 %.

Для получения рабочих градуировочных растворов последовательно разбавляют основной раствор:

Градуировочный раствор № 1 с массовой долей метилового спирта 2,5 %. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 градуированной пипеткой вносят 25 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 2 с массовой долей метилового спирта 1,0 %. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 градуированной пипеткой вносят 10 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 3 с массовой долей метилового спирта 0,5 %. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 градуированной пипеткой вносят 5 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 4 с массовой долей метилового спирта 0,25 %. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 градуированной пипеткой вносят 5 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 5 с массовой долей метилового спирта 0,1 %. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 градуированной пипеткой вносят 2 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 6 с массовой долей метилового спирта 0,05 %. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 градуированной пипеткой вносят 1 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 7 с массовой долей метилового спирта 0,025 %. В мерную колбу вместимостью 200 см^3 градуированной пипеткой вносят 1 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор № 8 с массовой долей метилового спирта 0,01 %. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 градуированной пипеткой вносят 2 см^3 основного раствора, доводят объем до метки деминерализованной водой и перемешивают.

Основной градуировочный раствор хранят не более 1 мес при температуре от 2 °С до 10 °С в герметично закрытой посуде. Перед применением основной раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин. Градуировочные растворы используют в день приготовления.

6.4 Кондиционирование капиллярной колонки

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

6.4.2 Перед проведением анализа по идентификации метилового спирта проводят кондиционирование колонки при температуре термостата колонок 200 °С до стабилизации базовой линии, не отсоединяя колонку от детектора.

6.5 Подготовка хроматографа к работе

Подготовку хроматографа к работе выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

Рабочие параметры режима устанавливают, используя значения:

- коэффициент деления потока 33:1
- температура детектора, °С 200
- температура испарителя (инжектора), °С 200
- начальная температура термостата колонки, °С 50
- выдержка, мин 7
- скорость нагрева термостата колонок до температуры 120 °С, °С/мин 6
- выдержка, мин 1
- скорость нагрева термостата колонок до температуры 200 °С, °С/мин 15
- выдержка, мин 35
- скорость потока газа-носителя, см^3/мин 25
- скорость потока воздуха, см^3 /мин 250
- скорость потока водорода, см^3/мин 25
- объем вводимой пробы, мм^3 1,0
- продолжительность анализа, мин 60

Условия хроматографирования могут быть отличными от приведенных в зависимости от хроматографа и условий его настройки.

Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели.

6.6 Установление градуировочной характеристики

Проводят хроматографический анализ всех градуировочных растворов.

Установление градуировочной характеристики и обработку хроматограмм выполняют в соответствии с руководством пользователя программным обеспечением.

Условия проведения измерений при градуировке и условия проведения измерений массовой доли метилового спирта в исследуемых пробах должны быть одинаковыми.

Градуировку проводят по методу абсолютной градуировки, используя серию градуировочных растворов с различной массовой долей метилового спирта. Каждый градуировочный раствор анализируют не менее трех раз, начиная с градуировочного раствора с наименьшей массовой долей метилового спирта.

Для установления градуировочной характеристики в инжектор хроматографа вводят с помощью микрошприца 1,0 мм^3 градуировочного раствора. Компонент идентифицируют по абсолютным значениям времен удерживания. Регистрируют высоты (площади) пиков. На основании обработанных данных устанавливают градуировочную зависимость высоты (площади) пика градуировочного раствора от массовой доли метилового спирта.

Градуировочную характеристику устанавливают методом наименьших квадратов, используя для расчета графика уравнение прямой линии

$$\bar{y} = a + b \cdot x, \quad (1)$$

где $\bar{y}$ — среднеарифметическое значение измерений высот (площадей) пиков градуировочных растворов, соответствующее этой массовой доли;

a, b — коэффициенты регрессии;

x — массовая доля метилового спирта в градуировочном растворе, %.

Коэффициент линейной корреляции — не менее 0,95.

Если коэффициент линейной корреляции меньше указанной величины, выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению этого условия. После этого повторяют процедуру градуировки хроматографа.

Градуировку хроматографа повторяют после смены колонки, ремонта хроматографа, неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (раздел 11).

Допускается градуировка хроматографа в рабочем диапазоне измерений (более узком, чем определяемый диапазон измерений по методике) с использованием меньшего количества градуировочных растворов (не менее четырех) с концентрациями, равномерно охватывающими рабочий диапазон.

Образец хроматограммы градуировочного раствора приведен в приложении А.

6.7 Отбор проб

Отбор проб осуществляют по ГОСТ 2517. Порядок отбора проб из потребительской упаковки устанавливают в нормативных документах или технической документации на охлаждающую жидкость конкретного вида.

7 Порядок выполнения измерений

При выполнении измерений массовой доли метилового спирта в охлаждающих жидкостях выполняют следующие операции:

- ввод пробы и ее хроматографическое разделение;
- детектирование и регистрация выходного сигнала.

Идентификацию метилового спирта проводят путем сравнения абсолютных времен удерживания в пробах и в градуировочных растворах.

Для определения количественного содержания метилового спирта проводят хроматографический анализ одного из градуировочных растворов (для определения времени выхода метилового спирта) и далее в тех же условиях хроматографический анализ испытуемой пробы. Для достоверности измерений хроматографический анализ как градуировочного раствора, так и подготовленной пробы, проводят не менее двух раз подряд.

Если площадь пика метилового спирта в исследуемом растворе превышает его площадь в градуировочном растворе № 1, далее по тексту (массовая доля метилового спирта более 5,00 %), хроматографическое разделение проводят повторно после разбавления пробы деминерализованной водой. Множитель разбавления $K_р$ рассчитывают по формуле

$$K_р = \frac{V_р}{V_и}, \quad (2)$$

где $V_р$ — объем пробы после разбавления, см^3;

$V_и$ — объем испытуемой пробы, см^3.

Обработку сигнала с хроматографа проводят с помощью программно-аппаратного комплекса для автоматизации хроматографического анализа или аналогичного программно-аппаратного комплекса.

8 Вычисление результатов измерений

8.1 Массовую долю метилового спирта X_i, %, в образце вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{y_h - a_h}{b_h} \quad (3)$$

или

$$X_i = \frac{y_s - a_s}{b_s}, \quad (4)$$

где y_h — высота хроматографического пика метилового спирта в анализируемой пробе, мВ;

y_s — площадь хроматографического пика метилового спирта в анализируемой пробе, мВ·мин;

a_h, b_h — коэффициенты, установленные при построении градуировочной характеристики по высоте хроматографических пиков;

a_s, b_s — коэффициенты, установленные при построении градуировочной характеристики по площади хроматографических пиков.

Для проведения расчетов используют программно-аппаратный комплекс.

Если проба была разбавлена, при расчете учитывают множитель разбавления.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, если относительное расхождение между ними не превышает значения r

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}} \cdot 100\ \% \le r, \quad (5)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов параллельных измерений, %;

r — значение предела повторяемости для $n = 2$ в соответствующем поддиапазоне концентраций (см. таблицу 2), %.

Если условие (5) не выполнено, то получают еще два результата измерений. За окончательный результат анализов принимают среднеарифметическое четырех результатов измерений, если расхождение между максимальным (X_{max}) и минимальным (X_{min}) результатами параллельных измерений не превышает 1,3r

$$\frac{(X_{max} - X_{min})}{\overline{X}_1} \cdot 100\ \% \le 1{,}3r, \quad (6)$$

где

$$\overline{X}_1 = \frac{X_{max} - X_{min}}{2}. \quad (7)$$

Если условие (6) не выполнено, то за окончательный результат принимают среднеарифметическое между вторым и третьим наименьшими результатами измерений из четырех параллельных измерений.

Округление результатов измерений проводят с учетом разряда погрешности (см. таблицу 1).

8.2 Настоящий метод измерений обеспечивает получение результатов измерений с показателями точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений массовых долей метилового спирта, %	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная относительная систематическая погрешность методики) $\pm \delta_c$, %	Показатель точности (границы, в которых находится относительная погрешность методики)*, $\pm \delta$, %
От 0,01 до 0,10 включ..	4,3	6,9	19	23
Св.0,10 до 5,00 включ..	2,6	4,3	5,2	10
* Соответствует расширенной относительной неопределенности U при коэффициенте охвата $k = 2$.				

9 Требования безопасности, охраны окружающей среды

9.1 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

9.2 Вентиляционная система помещения должна обеспечивать многократный обмен воздуха в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

9.3 Электробезопасность при работе с электроустановками должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.038 и требованиями эксплуатационных документов.

9.4 Организацию обучения безопасности труда персонала проводят в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

9.5 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005.

9.6 Все операции по проведению анализов выполняют в полном соответствии с основными правилами безопасной работы в химических лабораториях. Обслуживающий персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, обувью, резиновыми перчатками и защитными очками в соответствии с типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты рабочих и служащих химических производств.

9.7 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 2-3—му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

9.8 Оператор, выполняющий измерения на хроматографе, должен знать правила безопасности при работе с электрооборудованием и сжатыми газами.

10 Контроль точности результатов измерений

10.1 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Контроль внутрилабораторной прецизионности выполняют повторным измерением массовой доли метилового спирта в проанализированных ранее пробах в условиях внутрилабораторной прецизионности (анализ проводится в разное время или разными исполнителями в одной лаборатории).

Контроль внутрилабораторной прецизионности проводят по мере необходимости или по графику внутрилабораторного контроля.

Внутрилабораторную прецизионность результатов измерений считают удовлетворительной, если расхождение между результатами первичного и повторного измерений не превышает предела внутрилабораторной прецизионности

$$\frac{X_{max} - X_{min}}{\overline{X}_1} \cdot 100 \le R_л, \quad (8)$$

где X_{max} — максимальный результат первичного и повторного измерений, %;

X_{min} — минимальный результат первичного и повторного измерений, %;

$R_л$ — предел внутрилабораторной прецизионности; $R_л = R/1,2$, %.

R — предел воспроизводимости в соответствующем поддиапазоне концентраций (см. таблицу 2).

При превышении предела внутрилабораторной прецизионности эксперимент повторяют. При повторном превышении предела воспроизводимости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости представлены в таблице 2.

Таблица 2 — Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазоны измерений массовых долей метилового спирта, %	Относительное значение предела повторяемости (для двух результатов параллельных измерений) r,%	Относительное значение предела воспроизводимости (для двух результатов анализа) R, %
От 0,01 до 0,10 включ.	12	19
Св. 0,10 до 5,00 включ.	7	12

10.2 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений проводят по мере необходимости или по графику внутрилабораторного контроля.

Контроль точности методики измерений выполняют с использованием отдельного стандартного раствора, приготовленного из стандартного образца метилового спирта. Погрешность приготовления отдельного стандартного раствора не должна превышать 1,5 %.

Контроль точности результатов измерений считают удовлетворительным, если расхождение между заданным значением массовой доли метилового спирта и найденным значением массовой доли метилового спирта не превышает норматива контроля точности К

$$\frac{|X_з - X_н|}{X_з} \cdot 100 \le K, \quad (9)$$

где $X_З$ — заданное значение массовой доли метилового спирта;

$X_н$ — найденное значение массовой доли метилового спирта;

К — норматив контроля точности методики анализа, К = δ.

δ — границы, в которых находится относительная погрешность методики измерений в соответствующем поддиапазоне концентраций (см. таблицу 1).

При превышении норматива контроля точности эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива контроля точности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

11 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Для контроля стабильности градуировочной характеристики готовят по три контрольных пробы с массовыми долями метилового спирта, относящимися к началу, середине и концу градуировочной характеристики. Последовательно анализируют контрольные пробы, проводят определение массовых долей метилового спирта с помощью градуировочной характеристики и сравнивают результаты анализов со значениями массовых долей метилового спирта в соответствующих пробах, рассчитанных по процедуре приготовления.

Стабильность градуировочной характеристики считают удовлетворительной, если для каждой контрольной точки градуировочного графика метилового спирта выполняется следующее неравенство

$$\frac{|X_0 - X_r|}{X_0} \cdot 100 \le K_r, \quad (10)$$

где X_0 — массовая доля метилового спирта в контрольной пробе, %;

X_r — массовая доля метилового спирта, определенная с помощью градуировочного графика, %;

K_r — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, $K_r = 1,96 * \sigma_R$;

σ_R — показатель воспроизводимости (см. таблицу 1).

Контроль стабильности градуировочных характеристик осуществляется по трем точкам не реже одного раза в 3 мес. Градуировочные характеристики считаются стабильными, если отклонение не превышает $\pm K_r$. Если условие (9) не выполняется, эксперименты повторяют. Если результат повторного сравнения неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива, градуировочную характеристику устанавливают вновь.

Приложение А
(справочное)

Хроматограмма градуировочного раствора метилового спирта

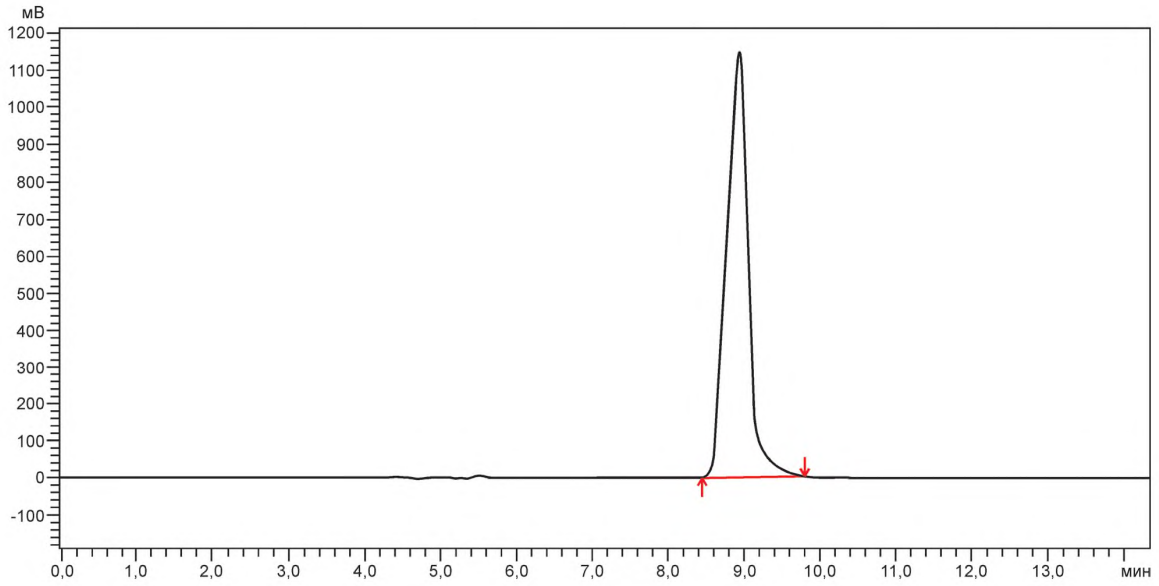


Рисунок А.1 — Образец хроматограммы градуировочного раствора метилового спирта

УДК 621.564.3:006.354

МКС 71.080.99
71.100.45

Ключевые слова: охлаждающие жидкости, массовая доля, метиловый спирт, метод газовой хроматографии

БЗ 6—2018/107

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.06.2018. Подписано в печать 29.06.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru