ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52788— 2007

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ И СПИРТОСОДЕРЖАЩАЯ ПРОДУКЦИЯ

Газохроматографический метод определения содержания кротонового альдегида (денатурирующей добавки)

Издание официальное

БЗ 11—2007/384

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 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 17 декабря 2007 г. № 373-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а тексты 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, 2008

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ И СПИРТОСОДЕРЖАЩАЯ ПРОДУКЦИЯ

Газохроматографический метод определения содержания кротонового альдегида (денатурирующей добавки)

Ethanol and ethanol-containing production. Gas-chromatographic method for determination of crotonaldehyde (denaturant additive)

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый спирт, полученный из пищевого или непищевого сырья, денатурированный кротоновым альдегидом, и спиртосодержащую пищевую продукцию (за исключением любых растворов, эмульсий, суспензий), а также спиртные напитки (далее — продукты) и устанавливает газохроматографический метод определения объемной доли кротонового альдегида.

Диапазон измеряемых объемных долей кротонового альдегида составляет от 0,10 % до 0,40 %.

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 51135—98 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ Р 51144—98 Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

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 52472—2005 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ Р 52473—2005 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

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 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5964—93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

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

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 26703—93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29224—91 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

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

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 продуктов — по ГОСТ Р 51135, ГОСТ Р 51144, ГОСТ Р 52472, ГОСТ Р 52473, ГОСТ 2517, ГОСТ 5964, ГОСТ 17299, ГОСТ 18300.

3.2 Готовят образец продукта. Для этого из одной бутылки, направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 $см^3$, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 1 $см^3$ вносят 1 $см^3$ продукта.

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

3.4 Анализ образца продукта проводят по 4.4.3.

4 Метод измерений

4.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении летучих органических примесей, в том числе кротонового альдегида, с использованием капиллярных колонок в образце продукта и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — не более10 мин.

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с по ГОСТ 26703.

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 $мм^3$.

Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1 °С, пределы измерения 0 °С — 55 °С по ГОСТ 29224.

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

Компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение.

Колонка хроматографическая капиллярная HP-FFAP (производство США) 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

Склянка для хранения градуировочной смеси любого типа с пробкой, обеспечивающей герметичность.

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.

Кротоновый альдегид производства фирмы «Merck»[1)] с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

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

4.3 Подготовка к выполнению измерений

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

4.3.2 Кондиционирование капиллярной колонки

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

4.3.3 Приготовление градуировочных смесей

Приготовление градуировочных смесей проводят в соответствии с приложением А.

4.4 Выполнение измерений

4.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура детектора, °С	220
температура испарителя (инжектора), °С	140 — 200
температура термостата, °С	70
коэффициент деления потока	38:1
скорость потока воздуха, $дм^3$/ч	18
скорость потока водорода, $дм^3$/ч	1,8
скорость потока газа-носителя (азот), $дм^3$/ч	0,15
объем пробы, $мм^3$	0,2 —0,5.

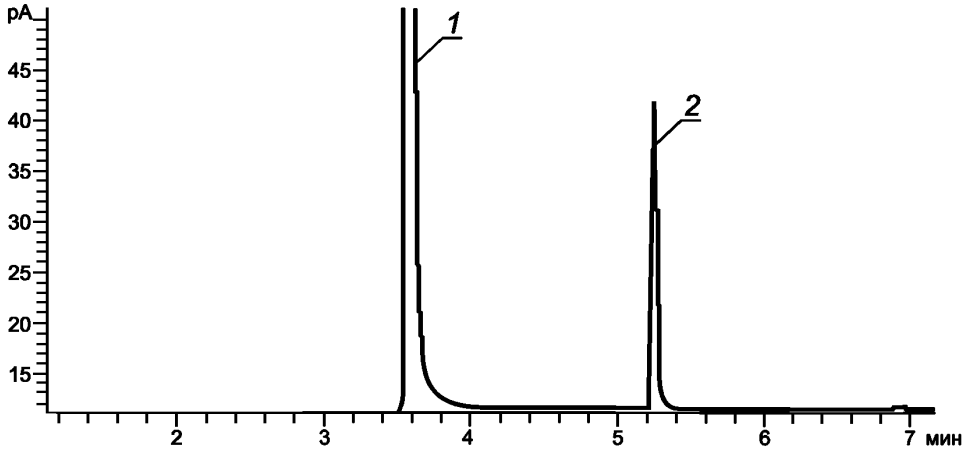
Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры, обеспечивающих разделение и последовательность выхода веществ, аналогичные приведенному на рисунке 1.

4.4.2 Градуировка хроматографа

4.4.2.1 Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

4.4.2.2 Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих начальному, среднему и конечному значениям диапазона измеряемых концентраций. Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков кротонового альдегида. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси представлена на рисунке 1.

[1)] Эта информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение кротонового альдегида указанной фирмы.



1 — этиловый спирт; *2* — кротоновый альдегид

Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой HP-FFAP[1)]

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

Градуировку хроматографа выполняют один раз в неделю.

4.4.3 Анализ образца

Перед проведением анализа образца проводят «холостой» анализ (без ввода образца) в условиях, указанных в 4.4.1. При наличии пиков проводят кондиционирование колонки по 4.3.2.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10,5 или 1 мм^3 вводят 0,2 — 0,5 мм^3 образца продукта и выполняют хроматографическое разделение смеси в условиях, указанных в 4.4.1. Регистрируют пик кротонового альдегида в области времени удерживания, соответствующего кротоновому альдегиду в градуировочной смеси. Образец анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 (подраздел 3.14).

4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Показатели повторяемости, воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности метода приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений объемной доли кротонового альдегида, %	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_r, %	Предел повторяемости r, %, при P = 0,95, n = 2	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %, при P = 0,95
От 0,10 до 0,40 включ.	4	11	6	12
* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.				

4.5.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений объемной доли кротонового альдегида, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле

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

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

где 2 — число параллельных определений;

X_1, X_2 — результаты параллельных определений объемной доли кротонового альдегида в анализируемой пробе, %;

r — предел повторяемости (см. таблицу 1) кротонового альдегида, %;

100 — множитель для пересчета в проценты.

Если условие не выполняется, то выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 4.4.3.

4.5.3 Результаты измерений объемной доли кротонового альдегида округляют до двух значащих цифр и представляют в виде:

- кротоновый альдегид — объемная доля в пересчете на безводный спирт, %.

При расчете учитывают коэффициент разведения.

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

$$П = 100 : O_d, \quad (2)$$

где 100 — объемная доля безводного спирта, %;

O_d — объемная доля этилового спирта в анализируемом образце, %.

4.5.4 Результат анализа представляют в виде:

$X_{ср}$, объемная доля, %; $P = 0,95$; $\pm \delta$ %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений объемной доли кротонового альдегида, признанных приемлемыми, %;

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

Если объемная доля кротонового альдегида ниже или выше границ диапазона измерений объемных долей, установленных настоящим стандартом (см. таблицу 1), то результаты представляют в виде $X_{ср} < 0,10$ объемной доли кротонового альдегида, %, или $X_{ср} > 0,40$ объемной доли кротонового альдегида, %.

4.6 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

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

4.6.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях в соответствии с 4.4.3 и 4.5, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$|X_{ср1} - X_{ср2}| \le CD_{0,95}, \quad (3)$$

где $X_{ср1}$, $X_{ср2}$ — среднеарифметические значения объемной доли кротонового альдегида, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, %;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для объемной доли кротонового альдегида, %, вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot X_{ср1,2}\sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 / 2},$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ Р ИСО 5725-6;

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

σ_R — показатель воспроизводимости (см. таблицу 1) кротонового альдегида, %;

σ_r — показатель повторяемости (см. таблицу 1) кротонового альдегида, %;

$X_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли кротонового альдегида, полученных в первой и второй лабораториях, %:

$$X_{ср1,2} = \frac{X_{ср1} + X_{ср2}}{2}$$

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, 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).

4.7 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики 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 [пример их построения приведен в ГОСТ Р 51698 (приложение В)].

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе следует соблюдать:

- правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением [1];
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

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

Приложение А
(обязательное)

Методика приготовления аттестованных градуировочных смесей

А.1 Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление аттестованных градуировочных смесей (АГС-0,40; АГС-0,20; АГС-0,10) для определения объемной доли кротонового альдегида в соответствии с настоящим стандартом.

А.2 Метрологические характеристики

Характеристики аттестованных градуировочных смесей (АГС-0,40; АГС-0,20; АГС-0,10) в этиловом ректификованном спирте приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование компонента смеси	АГС-0,40		АГС-0,20		АГС-0,10	
	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности $\pm\delta$,%, при $P = 0,95$	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности $\pm\delta$,%, при $P = 0,95$	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности $\pm\delta$,%, при $P = 0,95$
Кротоновый альдегид в этиловом ректификованном спирте, объемная доля, %	0,40	2,3	0,20	2,6	0,10	2,8

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

А.3.1 Средства измерений

Пипетка 2-2-1 ГОСТ 29169.

Пипетка 1-1-1-0,5 по ГОСТ 29227.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1 °С, пределы измерения 0 °С—55 °С по ГОСТ 29224.

А.3.2 Реактивы

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Кротоновый альдегид производства фирмы «Merck»[1)] с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Допускается применение средств измерений, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не ниже указанных.

Смеси готовят из кротонового альдегида массовой долей не менее 98 % на этиловом ректификованном спирте, используемом в качестве растворителя.

А.4 Процедура приготовления

А.4.1 Приготовление градуировочной смеси (АГС-0,40) объемной долей кротонового альдегида 0,40 % в этиловом ректификованном спирте

А.4.1.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 40 см^3 этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 0,5 см^3 вносят 0,4 см^3 кротонового альдегида.

А.4.1.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин и доводят до метки этиловым ректификованным спиртом.

А.4.2 Приготовление градуировочной смеси (АГС-0,20) объемной долей кротонового альдегида 0,20 % в этиловом ректификованном спирте

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 40 см^3 этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 50 см^3 вносят 50 см^3 градуировочной смеси объемной долей кротонового альдегида 0,40 %, приготовленной по А.4.1. Далее повторяют операции по А.4.1.2.

[1)] Эта информация дана для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение кротонового альдегида указанной фирмы.

А.4.3 Приготовление градуировочной смеси (АГС-0,10) объемной долей кротонового альдегида 0,10 % в этиловом ректификованном спирте

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 40 $см^3$ этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 50 $см^3$ вносят 50 $см^3$ градуировочной смеси объемной долей кротонового альдегида 0,20 %, приготовленной по А.4.2. Далее повторяют операции по А.4.1.2.

А.5 Расчет метрологических характеристик аттестованных градуировочных смесей

А.5.1 Погрешность аттестованного значения градуировочной смеси суммируется из погрешности массовой доли основного вещества в кротоновом альдегиде (± 1 %) и погрешностей измерения объемов с помощью мерных колб вместимостью 100 $см^3$ (± 0,5 %), пипеток вместимостью 0,5 $см^3$ (± 2 %) и вместимостью 50 $см^3$ (± 1 %).

А.5.2 Расчет погрешностей для аттестованных значений градуировочных смесей АГС-0,40; АГС-0,20; АГС-0,10 кротонового альдегида в этиловом ректификованном спирте

А.5.2.1 Расчет погрешности $\delta_{0,40}$ для аттестованного значения градуировочной смеси АГС-0,40 с объемной долей кротонового альдегида 0,40 % в этиловом ректификованном спирте

$$\delta^2_{0,40} = 1^2 + 0,5^2 + 2^2 = 5,25;$$

$$\delta_{0,40} = \pm 2,3\ \%.$$

А.5.2.2 Расчет погрешности $\delta_{0,20}$ для аттестованного значения градуировочной смеси АГС-0,20 с объемной долей кротонового альдегида 0,20 % в этиловом ректификованном спирте

$$\delta^2_{0,20} = 2,3^2 + 0,5^2 + 1^2 = 6,54;$$

$$\delta_{0,20} = \pm 2,6\ \%.$$

А.5.2.3 Расчет погрешности $\delta_{0,10}$ для аттестованного значения градуировочной смеси АГС-0,10 с объемной долей кротонового альдегида 0,10 % в этиловом ректификованном спирте

$$\delta^2_{0,10} = 2,6^2 + 0,5^2 + 1^2 = 8,01$$

$$\delta_{0,10} = \pm 2,8\ \%.$$

А.6 Требования безопасности

Работы по приготовлению аттестованных градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу с соблюдением мер предосторожности.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

А.7 Требования к квалификации оператора

Аттестованные градуировочные смеси готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

А.8 Требования к упаковке и маркировке

Аттестованную градуировочную смесь помещают в колбу с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетку с указанием объемной доли кротонового альдегида, даты и времени его приготовления.

А.9 Условия хранения

Аттестованные градуировочные смеси, приготовленные по А.4, хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде не более 8 ч.

Библиография

[1] ПБ 03-576-03 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором России. — М., Изд-во ГУП «Научно-технический центр по безопасности в промышленности Госгортехнадзора России», 2003

УДК 663.5.543.06:006.354 661.722:543.06:006.354	ОКС 67.160.10 71.080.60	Н79 Л29	ОКСТУ 9109 9209 2401

Ключевые слова: спирт этиловый ректификованный, спиртосодержащая продукция, кротоновый альдегид, денатурирующая добавка, газохроматографический метод, градуировочная смесь, хроматограмма анализа

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

Сдано в набор 29.01.2008. Подписано в печать 14.02.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 513 экз. Зак. 118.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru