ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51999— 2002

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ СИНТЕТИЧЕСКИЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ И ДЕНАТУРИРОВАННЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК «Биотехнологическая продукция немедицинского назначения» и Федеральным государственным унитарным предприятием «Государственный научно-исследовательский институт биосинтеза белковых веществ» (ФГУП «ГОСНИИСИНТЕЗБЕЛОК»)

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 30 декабря 2002 г. № 528-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 Издание (май 2018 г.) с Изменениями № 1, № 2 (ИУС 6—2011, 2—2018)

Изменение № 1 утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22.03.2011 № 33-ст

Изменение № 2 утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 03.11.2017 № 1642-ст

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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

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 Технические требования 2
4 Требования безопасности 4
5 Требования охраны окружающей среды 5
6 Правила приемки 6
7 Методы анализа 6
8 Транспортирование и хранение 19
9 Гарантии изготовителя 19
Приложение А (обязательное) Предупредительная маркировка 20
Приложение Б (справочное) Библиография 21

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ СИНТЕТИЧЕСКИЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ И ДЕНАТУРИРОВАННЫЙ

Технические условия

Technical rectified and denatured synthetic ethyl alcohol. Specifications

Дата введения — 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на ректификованный и денатурированный синтетический технический этиловый спирт (далее — спирт), предназначенный для изготовления различной химической продукции, парфюмерно-косметических изделий, для медицинской и фармацевтической продукции при производстве средств наружного применения, а также для поставки на экспорт.

Формула: C_2H_5OH.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2007 г.) — 46,06.

Раздел 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1, № 2).**

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

ГОСТ 12.1.044—89 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

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

ГОСТ 12.4.026—2015 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная. Назначение и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний

ГОСТ 12.4.121—2015 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Противогазы фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 12.4.296—2015 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Респираторы фильтрующие. Общие технические условия

ГОСТ 245—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3639—79 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

ГОСТ 5799—78 Фляги для лакокрасочных материалов. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6247—79 Бочки стальные сварные с обручами катания на корпусе. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 17366—80 Бочки стальные сварные толстостенные для химических продуктов. Технические условия

ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 21029—75 Бочки алюминиевые для химических продуктов. Технические условия

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

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 30852.5—2002 (МЭК 60079-4:1975) Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 4. Метод определения температуры самовоспламенения

ГОСТ 30852.11—2002 (МЭК 60079-12:1978) Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 12. Классификация смесей газов и паров с воздухом по безопасным экспериментальным максимальным зазорам и минимальным воспламеняющим токам

ГОСТ 31340—2007 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ 31497—2012 Спирт этиловый. Спектрофотометрический метод определения содержания денатурирующих добавок (битрекса, керосина, бензина)

ГОСТ 32036—2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ Р 51330.5—99 (МЭК 60079-4—75) Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 4. Метод определения температуры самовоспламенения

ГОСТ Р 57251—2016 Спирт этиловый технический. Правила приемки и методы анализа

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3 Технические требования

3.1 Спирт изготовляют в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 Характеристики

Спирт выпускают двух марок А и Б:

А — ректификованный синтетический технический этиловый спирт, получаемый химической очисткой и ректификацией водно-спиртового конденсата синтетического этилового спирта, а также технического синтетического этилового спирта, вырабатываемого прямой гидратацией этилена в присутствии катализатора;

Б — денатурированный ректификованный синтетический технический этиловый спирт, получаемый денатурацией денатониум бензоатом (битрекс) ректификованного синтетического технического этилового спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1 По физико-химическим показателям спирт должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма				Метод анализа
	Марка А ОКП 24 2102		Марка Б ОКП 24 2105		
	Высший сорт	1-й сорт	Высший сорт	1-й сорт	
1 Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость без механических при примесей				По 7.3
2 Запах	Характерный запах ректификованного спирта без запаха посторонних веществ				По 7.3
3 Объемная доля этилового спирта, %, не менее	96,2	96,0	96,2	96,0	По ГОСТ 3639, Раздел 2
4 Окисляемость при температуре 20 °С, мин, не менее	15	15	15	15	По ГОСТ 32036
5 Массовая концентрация кислот в пересчете на уксусную кислоту в безводном спирте, мг/дм^3, не более	8	15	8	15	По ГОСТ 32036
6 Массовая концентрация уксусного альдегида в пересчете на безводный спирт, мг/дм^3, не более	4	8	4	8	По 7.7
7 Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты в пересчете на безводный спирт, мг/дм^3, не более	5	12	5	12	По 7.7
8 Массовая концентрация спиртов $C_3 + C_4$ (пропанол-1, пропанол-2, бутанол-1, бутанол-2, изобутанол) в пересчете на безводный спирт, мг/дм^3, не более	8	10	8	10	По 7.7
9 Массовая концентрация кротонового альдегида, мг/дм^3	Отсутствие				По 7.7
10 Объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, не более	0,005	0,01	0,005	0,01	По 7.7
11 Массовая доля денатониума бензоата (битрекса), %, не менее	—	—	0,0015	0,0015	По 7.8 и 7.9
Примечание — Для медицинской и фармацевтической продукции при производстве средств наружного применения, а также для производства парфюмерно-косметических изделий предназначен спирт марок А и Б высшего сорта.					

3.2.2 При производстве ректификованного синтетического технического этилового спирта марки А, поставляемого на экспорт, допускается добавлять на 100 литров абсолютного этилового спирта: 1,0 л изопропилового спирта (1 об. %); 1,0 л метилэтилкетона (1 об. %) и 1,0 г (не менее 0,00127 % масс.) денатониум бензоата в соответствии со спецификацией к договору. При наличии в ректификованном синтетическом техническом этиловом спирте марки А изопропилового спирта и метилэтилкетона допускается снижение нормы по показателю 3 до 94,0 %.

3.2.3 При производстве денатурированного ректификованного синтетического технического этилового спирта марки Б, поставляемого на экспорт, допускается добавлять на 100 литров абсолютного

этилового спирта: 1,0 л изопропилового спирта (1 об. %); 1,0 л метилэтилкетона (1 об. %) в соответствии со спецификацией к договору. Содержание денатониум бензоата в спирте марки Б соответствует требованиям к спирту, поставляемому на экспорт (не менее 0,0015 % масс.). При наличии в денатурированном ректификованном синтетическом техническом этиловом спирте марки Б изопропилового спирта и метилэтилкетона допускается снижение нормы по показателю 3 до 94,0 %.

3.2.2, 3.2.3 **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.3 Маркировка

3.3.1 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением следующих дополнительных данных, характеризующих продукт:

- наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;
- наименования, марки и сорта продукта;
- номера партии;
- объема в декалитрах;
- даты изготовления;
- обозначения настоящего стандарта;
- предупредительной маркировки — по ГОСТ 31340 (см. приложение А).

Способ нанесения надписей — по ГОСТ 14192.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2 Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, — по ГОСТ 19433.

Спирт относится к классу 3, подклассу 3.2 (знак опасности — по чертежу 3, классификационный шифр 3212). Номер ООН 1170.

3.3.3 Маркировка продукта, поставляемого на экспорт, должна соответствовать требованиям договора поставки или условиям внешнеэкономического контракта с учетом требований настоящего стандарта.

3.4 Упаковка

3.4.1 Спирт заливают в следующую транспортную тару: алюминиевые бочки типа 1 по ГОСТ 21029; стальные бочки типа 1 по ГОСТ 17366; стальные или оцинкованные бочки типа 1 по ГОСТ 13950 и ГОСТ 6247; стальные фляги по ГОСТ 5799.

Вместимость бочек — 85—275 $дм^3$, фляг — 40 $дм^3$.

Допускается при транспортировании автомобильным транспортом упаковывать спирт в транспортную тару потребителя. Ответственность за сохранность и качество упакованного в нее продукта несет потребитель.

3.4.2 Упаковка продукта, поставляемого на экспорт, должна соответствовать требованиям договора поставки или условиям внешнеэкономического контракта с учетом требований настоящего стандарта.

3.4.3 Коэффициент заполнения транспортной тары — 0,9.

Транспортная тара с продуктом должна быть герметично закупорена, опломбирована или опечатана.

3.4.4 Упаковка должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

4 Требования безопасности

4.1 Спирт по степени воздействия на организм человека в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к 4-му классу опасности (веществам малоопасным).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров этилового спирта в воздухе рабочей зоны — 2000/1000 $мг/м^3$ по [1].

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2 Контроль концентрации паров спирта в воздухе рабочей зоны проводят по методике [2].

Периодичность контроля — по [3].

4.3 Спирт обладает наркотическим действием, вызывает сухость кожи, пары спирта раздражают слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей. Кумулятивными и кожно-резорбтивными свойствами спирт не обладает.

4.4 Спирт в воздушной среде, сточных водах и в присутствии других веществ или факторов, а также при высоких температурах (в условиях пожара) токсичных соединений не образует, в химическое взаимодействие с кислородом воздуха при обычных условиях не вступает.

4.5 Денатониум бензоат (битрекс) по степени воздействия на организм человека в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к 3-му классу опасности (вещество умеренно опасное).

Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) паров битрекса в воздухе рабочей зоны — 0,01 мг/м^3 [4]. Битрекс раздражает кожу, вызывает ожог глаз и раневых поверхностей, у человека при вдыхании или проглатывании вызывает рвотный рефлекс и чувство сильной горечи.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6 Индивидуальные средства защиты: в аварийных ситуациях — фильтрующий промышленный противогаз типа 1 марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.121; в замкнутых пространствах — изолирующий шланговый противогаз ПШ-1 или ПШ-2; защитные очки, перчатки, спецодежда в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке, и требованиями ГОСТ 12.4.011; респираторы по ГОСТ 12.4.296.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.7 Этиловый спирт — легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки в закрытом тигле — 13 °С, температура самовоспламенения — 400 °С. Концентрационные пределы распространения пламени (воспламенения), % об.: нижний 3,6; верхний — 17,7.

Температурные пределы распространения пламени (воспламенения), °С: нижний — 11; верхний — 41.

Показатели пожаровзрывоопасности определены по методикам ГОСТ 12.1.044.

Битрекс взрывобезопасен, не горюч, но поддерживает горение.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8 При пожаре для тушения применяют следующие вещества и материалы: пену, порошок ПСБ, двуокись углерода, воду, песок; в помещениях — объемное тушение.

4.9 При работе с продуктом, отборе проб, сливно-наливных операциях должны соблюдаться требования электростатической искробезопасности по ГОСТ 12.1.018.

4.10 В производственных помещениях должны быть предусмотрены следующие меры предосторожности: герметизация оборудования и аппаратов, общеобменная приточно-вытяжная и местная вентиляции в соответствии с ГОСТ 12.4.021, запрещение применения открытого огня и источников искрообразования.

Электрооборудование и освещение должны быть во взрывозащищенном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

Следует использовать следующие знаки безопасности по ГОСТ 12.4.026: запрещающий знак Р02 «Запрещается пользоваться открытым огнем и курить»; предупредительный знак W01 «Пожароопасно. Легковоспламеняющиеся вещества».

4.11 Пожаровзрывобезопасность при производстве спирта должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.010.

Категория взрывоопасности смеси паров этилового спирта с воздухом — IIA по ГОСТ 30852.11, группа взрывоопасных смесей — Т2 по ГОСТ 30852.5.

Довзрывоопасную концентрацию в помещениях определяют с помощью автоматических стационарных сигнализаторов.

В соответствии с требованиями пожарной безопасности по совместному хранению материалов и веществ (ГОСТ 2.1.004, приложение 7) спирт относится к разряду опасных веществ категории 321.

4.10, 4.11 **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.12 При производстве спирта и работе с ним должны соблюдаться санитарные правила и правила по технике безопасности, принятые при работе с легковоспламеняющимися химическими веществами, а также требования, предусмотренные ГОСТ 12.1.007.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 Во избежание попадания спирта в окружающую среду необходимо использовать в технологическом процессе производства герметичные оборудование и трубопроводы, а также исключить попадание спирта в атмосферный воздух.

5.2 ПДК паров этилового спирта в атмосферном воздухе населенных мест — 5 мг/м^3 (4 класс опасности) по [5].

Контроль воздушной среды проводят по методикам, утвержденным в установленном порядке или согласованным с органами санитарного надзора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3 Спирт полностью используют, утилизация не требуется.

6 Правила приемки

6.1 Спирт принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим показателям качества спирта, сопровождаемое одним документом о качестве.

При отгрузке продукта в цистернах партией считают каждую цистерну.

6.2 Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес; наименование страны-изготовителя;
- наименование, марку и сорт продукта;
- номер партии, количество мест в партии, их номера;
- объем в декалитрах;
- дату изготовления;
- результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- обозначение настоящего стандарта.

6.3 При поставке продукта на экспорт документ о качестве оформляют в соответствии с требованиями договора поставки или условиями внешнеэкономического контракта.

6.4 Объем выборки продукта, упакованного в транспортную тару, — 10 % от партии, но не менее трех упаковочных единиц.

При отгрузке спирта в цистернах проверке подвергают каждую цистерну;

Допускается изготовителю отбирать пробу из товарного резервуара-хранилища или отпускного мерника.

6.5 При получении неудовлетворительных результатов анализа спирта хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ на удвоенной выборке или вновь отобранной пробе из цистерны, товарного резервуара-хранилища или отпускного мерника той же партии. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

7 Методы анализа

7.1 Отбор проб — по ГОСТ 2517.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.2 Общие указания

Результаты анализа должны быть записаны с той же степенью точности, с которой установлена по показателю норма.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже, чем в предусмотренных настоящим стандартом методах анализа.

7.3 Определение внешнего вида и запаха

Сущность метода заключается в оценке цвета, прозрачности и запаха спирта, выполняемой органолептически. Органолептическую оценку спирта проводят в светлом, хорошо проветриваемом помещении без посторонних запахов.

7.3.1 Определение цвета и прозрачности

Метод основан на визуальном сравнении анализируемого спирта и дистиллированной воды.

7.3.1.1 Аппаратура, материалы, реактивы, посуда

Штатив для пробирок.

Пробирки 10 или 20 по ГОСТ 19908 из бесцветного стекла. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.1.2 Проведение анализа

В две одинаковые по размеру пробирки наливают по 10 $см^3$: в одну — анализируемый спирт, в другую — дистиллированную воду.

Сравнивают содержимое пробирок в проходящем рассеянном свете, устанавливают различные отклонения по цвету и определяют наличие механических примесей в анализируемом спирте.

7.3.2 Определение запаха

Метод основан на органолептической оценке запаха анализируемого спирта.

7.3.2.1 Аппаратура, материалы, реактивы, посуда

Термометры жидкостные стеклянные с ценой деления 0,1 °С или 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Цилиндры 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Бокалы дегустационные.

Склянка с пришлифованной пробкой.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.2.2 Проведение анализа

Анализируемый спирт разбавляют дистиллированной водой, получая водно-спиртовой раствор с объемной долей спирта 40% при температуре (20 + 2) °С. Полученный водно-спиртовой раствор помещают в склянку с пришлифованной пробкой, тщательно перемешивают, наливают в дегустационный бокал и сразу же определяют запах.

Запах анализируемого спирта должен иметь характерный запах ректификованного спирта без запаха посторонних веществ.

7.4 Определение объемной доли этилового спирта по ГОСТ 3639, раздел 2.

При добавлении к денатурированному и ректификованному синтетическому техническому этиловому спирту изопропилового спирта и метилэтилкетона объемную долю этилового спирта $X_с$, %, определяют по разности, вычитая из 100 % сумму объемных долей нормируемых примесей и добавляемых компонентов, а также объемную долю воды по формуле

$$X_с = 100 - \Sigma X_{п+к} - X_в, \qquad (1а)$$

где $\Sigma X_{п+к}$ — сумма объемных долей нормируемых примесей и добавляемых компонентов, %;

$X_в$ — объемная доля воды в анализируемом продукте, %, вычисленная по формуле

$$X_в = X'_в \cdot \rho, \qquad (1б)$$

где $X'_в$ — массовая доля воды, определенная по ГОСТ 14870, раздел 2, %;

ρ — плотность анализируемого продукта, определенная по ГОСТ 18995.1, г/см^3.

Определение изопропилового спирта и метилэтилкетона проводят по аттестованным методикам [21] и [22].

7.3, 7.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

7.5 Определение окисляемости — по ГОСТ 32036, 6.6

7.6 Определение массовой концентрации кислот в пересчете на уксусную кислоту — по ГОСТ 32036, 6.9.

7.5, 7.6 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

7.7 Определение массовой концентрации уксусного альдегида, этилового эфира уксусной кислоты, спиртов $C_3 + C_4$ (пропанола-1, пропанола-2, бутанола-1, бутанола-2, изобутанола), кротонового альдегида, объемной доли метилового спирта

Определение проводят методом газовой хроматографии на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой с применением абсолютной градуировки.

7.7.1 Аппаратура, материалы, реактивы, посуда

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором с уровнем флуктуации шумов нулевого сигнала не более $2 \cdot 10^{-12}$ А, с дрейфом нулевого сигнала детектора не более $2 \cdot 10^{-12}$ А/ч, с пределом детектирования $2 \cdot 10^{-12}$ гС/с.

Колонка газохроматографическая капиллярная HP-FFAP (США) 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм или колонка газохроматографическая капиллярная ВИТОКАП 50 м × 0,5 мм × 0,52 мкм.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3 фирмы Hewlett Packard, Agilent Technologies или аналогичный.

Микрошприц вместимостью 100 мм^3 фирмы Agilent Technologies или аналогичный.

Компьютер, имеющий программное обеспечение, позволяющий производить обработку хроматограмм.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный [6]

Весы неавтоматического действия, обеспечивающие для навесок массой от 0,05 до 200 г относительную погрешность измерения не более ±1 %.

Газ-носитель: азот по ГОСТ 9293, особой чистоты или 1-го сорта повышенной чистоты или гелий газообразный очищенный марки А или Б по [7]. Допускается использовать генераторы азота.

Водород технический по ГОСТ 3022 марки А или водород от генератора водорода.

Воздух сжатый в баллоне. Допускается использовать компрессоры любого типа, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха согласно инструкции по эксплуатации газового хроматографа.

Спирт этиловый синтетический ректификованный с объемной долей основного вещества не менее 96,2 %.

Альдегид уксусный технический по [8].

Эфир этиловый уксусной кислоты по 9].

Пропанол-1 для хроматографии, х. ч., по [10].

Пропанол-2 для хроматографии, х. ч., по [11].

Бутанол-1 для хроматографии, х. ч., по [12].

Бутанол-2 для хроматографии, х. ч., по [13].

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч. д. а., или спирт изобутиловый (изобутанол) для хроматографии, х. ч., по [14].

Альдегид кротоновый с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Метанол-яд (метиловый спирт) для хроматографии х. ч., по [15].

Межгосударственный стандартный образец состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС-1, РС-2, РС-3) по [16].

Аттестованная градуировочная смесь для анализа спирта (комплект ГСПС-1, ГСПС-2, ГСПС-3) по [17].

Государственный стандартный образец состава раствора этанола. Аттестованные смеси для анализа спирта по [18].

Колбы 2-50(100)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-2-1 (2, 10, 25) по ГОСТ 29228.

Пипетки 1-2-20 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1-50-2 по ГОСТ 1770.

Склянки для хранения градуировочных смесей с пробками, обеспечивающими герметичность.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.7.2 Подготовка к анализу

7.7.2.1 Подготовка хроматографа

Капиллярную колонку помещают в термостат хроматограмма и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем при объемном расходе 0,100—0,144 $дм^3$/ч при (160 ± 20) °С не менее 8 ч. Затем колонку присоединяют к детектору и продолжают продувать до установления стабильной нулевой линии при максимальной температуре термостата, указанной в 7.7.2.3.

Монтаж, накладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

7.7.2.2. Приготовление градуировочных растворов определяемых веществ

Для приготовления градуировочных растворов готовят сначала три рабочих раствора определяемых веществ в этиловом спирте. Первый раствор должен содержать только уксусный альдегид (раствор А). Второй — этиловый эфир уксусной кислоты, пропанол-1, пропанол-2, бутанол-1, бутанол-2, изобутанол, кротоновый альдегид, метиловый спирт (раствор В).

Результат вычислений массовой концентрации *i*-х компонентов в рабочих и градуировочных растворах записывают с точностью до первого десятичного знака.

Приготовление градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха 18 °С—22 °С. Градуировочные растворы хранят в холодильнике в герметически закрытой посуде. Срок хранения — 1 мес.

7.7.2.2.1 Приготовление рабочих растворов

а) Приготовление рабочего раствора А

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ этилового спирта и вносят пипеткой, охлажденной в морозильной камере, 0,1 $см^3$ уксусного альдегида. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием, доводят объем раствора в колбе этиловым спиртом до уровня на 1 см ниже метки и выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин. Затем доводят объем раствора в колбе до метки этиловым спиртом, тщательно перемешивают и определяют точную концентрацию уксусного альдегида по ГОСТ Р 57251. Результат определения округляют до целого числа.

б) Приготовление рабочего раствора В

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 25 см^3 этилового спирта, взвешивают, затем последовательно вносят микрошприцем вместимостью 100 мм^3 по 50 мм^3 каждого определяемого вещества, метилового спирта — 250 мм^3. После внесения каждого компонента колбу взвешивают. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием, доводят объем раствора в колбе этиловым спиртом до уровня на 1 см ниже метки и выдерживают при температуре 20 °С в течение 25 мин. Затем доводят объем раствора в колбе до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Массовую концентрацию i-го компонента C_i, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_i = \frac{m_i A_i^0 10 \cdot 1000}{50}, \qquad (1)^*$$

где m_i — масса навески определяемого вещества, г;

A_i^0 — массовая доля основного вещества в определенном веществе, %;

50 — вместимость мерной колбы, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.7.2.2.2 Приготовление градуировочных растворов

Растворы готовят объемным методом путем последовательного разбавления. Готовят пять градуировочных растворов.

а) Приготовление градуировочного раствора № 1

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 этилового спирта. Далее в колбу вносят пипеткой вместимостью 2 см^3 по 2,0 см^3 каждого из двух рабочих растворов А и В. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию каждого определяемого компонента $C_i^{гр}$, мг/дм^3, вычислят по формуле

$$C_i^{гр} = \frac{VC_i}{100}, \qquad (3)^{**}$$

где V — объем рабочего раствора А или В, взятого для приготовления градуировочного раствора, см^3;

C_i — массовая концентрация i-го компонента в рабочем растворе, мг/дм^3;

100 — вместимость мерной колбы, см^3.

б) Приготовление градуировочного раствора № 2

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 этилового спирта. Далее в колбу вносят пипеткой вместимостью 1 см^3 по 1,0 см^3 каждого из двух рабочих растворов А и В. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию каждого определяемого компонента $C_i^{гр}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле (3), где V — объем рабочего раствора А или В, взятого для приготовления градуировочного раствора, см^3.

в) (Исключен, Изм. № 1).

г) Приготовление градуировочного раствора № 4

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 этилового спирта. Далее в колбу вносят пипетками вместимостью 10 и 20 см^3 соответственно 10,0 см^3 градуировочного раствора № 1. Объем раствора в колбе доводят этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию каждого определяемого компонента $C_i^{гр}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле (3), где V — объем градуировочного раствора № 1, см^3; C_i — массовая концентрация i-го компонента в градуировочном растворе № 1, мг/дм^3.

д) Приготовление градуировочного раствора № 5

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 этилового спирта. Далее в колбу вносят пипетками вместимостью 10 см^3 по 10,0 см^3 градуировочного раствора № 2. Объем раствора в колбе доводят этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию каждого определяемого компонента $C_i^{гр}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле (3), где V — объем градуировочного раствора № 2, см^3; C_i — массовая концентрация i-го компонента в градуировочном растворе № 2, мг/дм^3.

---

* Формула (2). **(Исключена, Изм. № 1).**

** Формула (4). **(Исключена, Изм. № 1).**

7.7.2.3 Условия хроматографического анализа

Измерения выполняют при следующих условиях:

колонка:	HP-FFAP (США)	ВИТОКАП
температура термостата, °С:		
начальная	60—75 (5—8 мин)	40 (5 с)
программированный нагрев	до 120 (со скоростью 5 °С/мин) до 220 (со скоростью 20 °С/мин)	до 66 (со скоростью 3 °С/мин) до 220 (со скоростью 7 °С/мин)
выдержка при конечной температуре, мин	23	20
температура испарителя (инжектора), °С	220	220
инжектор с делением потока — коэффициент деления потока	50:1	50:1
температура детектора, °С	200—250	190
объемный расход газа-носителя, $дм^3/ч$	0,06—0,144	0,065—0,144
объемный расход воздуха, $дм^3/ч$	18	20
объемный расход водорода, $дм^3/ч$	1,8	2
объем пробы, $мм^3$	1	1,2

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих аналогичное разделение компонентов.

При проведении анализа необходимо проводить контроль и оценку степени разделения пиков определяемых веществ. Рассчитывают коэффициент разделения.

Коэффициент разделения пиков определяемых веществ R вычисляют по формуле

$$R = \frac{2L}{l_1 + l_2}, \qquad (5)$$

где L — расстояние между вершинами пиков на хроматограмме, ед. времени;

l_1, l_2 — ширина основания соседних пиков, ед. времени.

Хроматограммы пригодны для дальнейшей обработки, если $R \geq 0{,}5$; для пиков пропанола-2 и этанола $R \geq 0{,}07$.

Если условия разделения не выполняются, рекомендуется провести корректировку коэффициента деления потока в сторону уменьшения количества пробы, вводимой в колонку.

7.7.2.4 Построение градуировочной характеристики

До построения градуировочной характеристики проводят анализ этилового спирта, применяемого для приготовления градуировочных растворов, для учета количества примесей, вносимых со спиртом в градуировочные растворы при их приготовлении. Этиловый спирт (растворитель) хроматографируют три раза при условиях, указанных в 7.7.2.3. Если при анализе детектируются пики определяемых примесей, при этом отношение сигнал (высота пика) : шум превышает значение 2:1, построение градуировочной характеристики проводят, как указано в 7.7.2.4.2 (по методу стандартных добавок). В противном случае построение градуировочной характеристики проводят по 7.7.2.4.1.

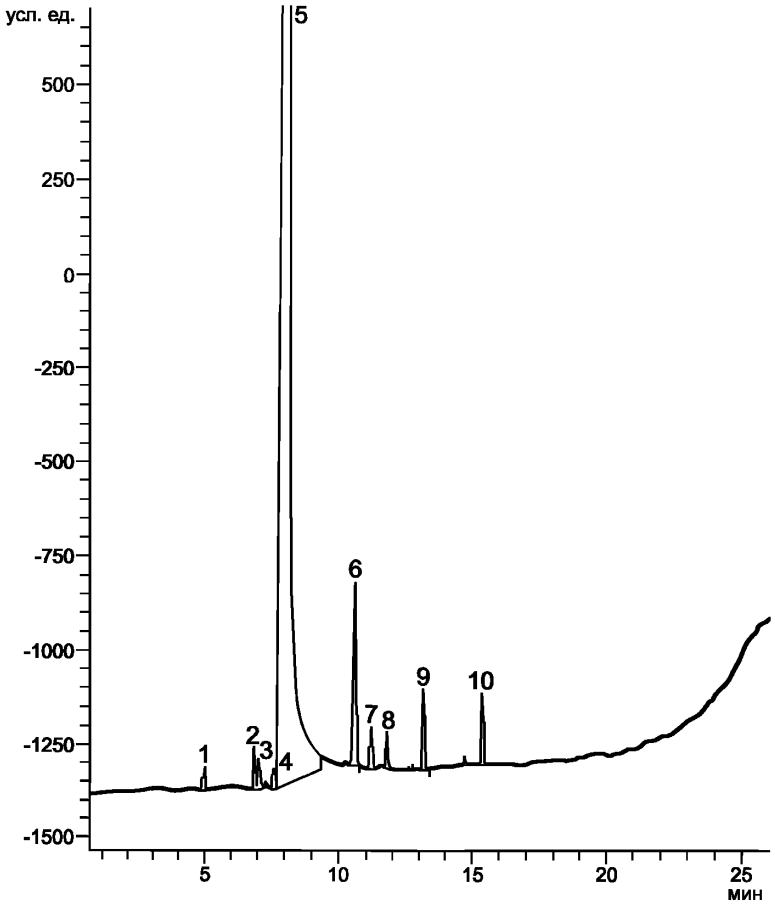
Прибор градуируют по готовым аттестованным градуировочным смесям по [16], или по [17], или по [18] методам абсолютной градуировки.

При отсутствии готовых аттестованных градуировочных смесей определяемых веществ в спирте их готовят из реактивов массовой долей основного вещества не менее указанной для этих веществ в 7.7.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.7.2.4.1 Для построения градуировочной характеристики проводят анализ не менее трех градуировочных растворов с содержанием определяемого вещества, соответствующим началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций.

Записывают хроматограммы анализа каждого градуировочного раствора, регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Порядок выхода пиков с использованием капиллярной колонки HP-FFAP представлен на рисунке 1. Порядок выхода пиков с использованием капиллярной колонки ВИТОКАП аналогичен.



1 — уксусный альдегид; *2* — этиловый эфир уксусной кислоты; *3* — метиловый спирт; *4* — пропанол-2; *5* — этиловый спирт; *6* — бутанол-2;*7* — пропанол-1; *8* — кротоновый альдегид; *9* — изобутанол; *10* — бутанол-1

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма градуировочного раствора

Каждый градуировочный раствор хроматографируют три раза при условиях, указанных в 7.7.2.3, усредняя полученные значения площадей пиков и контролируя сходимость результатов измерения *d* по формуле (14).

Процедуру градуировки повторяют для каждого градуировочного раствора.

Градуировку хроматографа выполняют один раз в 3 мес в том случае, если за этот период не проводились никакие мероприятия, вызывающие ее изменения.

Рассчитывают коэффициенты *a* и *b* градуировочного уравнения

$$y_i = a + bc_i, \tag{6}$$

где y_i — значение площади пика, усл. ед.;

c_i — массовая концентрация определяемого вещества, мг/дм^3.

Расчет коэффициентов *a* и *b* осуществляют методом наименьших квадратов по алгоритму, заложенному в компьютерной программе хроматографа, или вычисляют по формулам:

$$a = \frac{\sum y_j - b\sum c_j}{n}; \tag{7}$$

$$b = \frac{n\sum c_j y_j - \sum c_j \sum y_j}{n\sum c_j^2 - \left(\sum c_j\right)^2}, \tag{8}$$

где y_j — среднее значение площади пика *j*-го градуировочного раствора, усл. ед.;

c_j — массовая концентрация определяемого вещества в *j*-м градуировочном растворе, мг/дм^3;

n — число градуировочных растворов.

7.7.2.4.2 Построение градуировочной характеристики по методу стандартных добавок

Определение проводят по 7.7.2.4.1.

Рассчитывают коэффициенты *a* и *b* градуировочного уравнения

$$(y_i - y_0) = a + bc_i, \tag{9}$$

где $(y_i - y_0)$ — разница площадей пиков в градуировочном растворе и спирте-растворителе, усл. ед.;

c_i — массовая концентрация определяемого вещества (стандартная добавка), мг/дм^3.

Расчет коэффициентов *a* и *b* осуществляют методом наименьших квадратов по алгоритму, заложенному в компьютерной программе хроматографа, или вычисляют по формулам:

$$a = \frac{\sum(y_j - y_0) - b\sum c_j}{n}; \tag{10}$$

$$b = \frac{n\sum c_j(y_j - y_0) - \sum c_j \sum(y_j - y_0)}{n\sum c_j^2 - \left(\sum c_j\right)^2}, \tag{11}$$

где $(y_j - y_0)$ — разница средних значений площадей пиков определяемого вещества в *j*-м градуировочном растворе и спирте-растворителе, усл. ед.;

c_j — массовая концентрация определяемого вещества (стандартная добавка) в *j*-м градуировочном растворе, мг/дм^3;

n — число градуировочных растворов.

7.7.2.5 Проведение анализа

Анализ пробы спирта выполняют в условиях, приведенных в 7.7.2.3.

Проводят три параллельных определения содержания определяемого вещества в пробе анализируемого спирта.

Определяемые вещества идентифицируют по временам удержания в соответствии с градуировкой.

7.7.2.4.1, 7.7.2.4.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

7.7.2.6 Обработка результатов

7.7.2.6.1 Обработку результатов измерений проводят с помощью компьютера в соответствии с градуировочными характеристиками.

Массовую концентрацию определяемого вещества *C*, мг/дм^3, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{y - a}{b}, \tag{12}*$$

где *y* — площадь пика определяемого вещества, усл. ед.;

a, b — коэффициенты градуировочного уравнения.

Полученные значения содержания определяемых веществ усредняют и контролируют сходимость результатов измерения.

Контролируемым параметром является относительный размах измеряемых площадей хроматографических пиков или относительный размах концентраций определяемых веществ. Результат контроля признается положительным при выполнении условия (для $P = 0{,}95$)

$$\frac{y_{max} - y_{min}}{\bar{y}} 100 \le d, \tag{14}$$

где y_{max} — максимальная площадь хроматографического пика или максимальная концентрация определяемого вещества, усл. ед.;

y_{min} — минимальная площадь хроматографического пика или минимальная концентрация определяемого вещества, усл. ед.;

$\bar{y}$ — среднеарифметическое значение площадей хроматографических пиков или концентраций определяемого вещества, полученных при параллельных определениях, усл. ед.;

d — норматив контроля сходимости, % (таблица 3).

---

* Формула (13). **(Исключена, Изм. № 1).**

7.7.2.6.2 Результаты измерений определяемых веществ выражают следующим образом:

Уксусный альдегид, этиловый эфир уксусной кислоты, пропанол-1, пропанол-2, бутанол-1, бутанол-2, изобутанол, кротоновый альдегид — массовая концентрация в пересчете на безводный спирт (мг/дм^3).

Метиловый спирт — объемная доля в пересчете на безводный спирт (%).

Объемную долю метилового спирта X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C}{10000\rho}, \quad (15)$$

где C — массовая концентрация метилового спирта, мг/дм^3;

ρ — плотность метилового спирта, г/см^3.

Для пересчета на безводный спирт результат умножают на коэффициент П, вычисляемый по формуле

$$П = 100 : P, \quad (16)$$

где P — объемная доля этилового спирта в анализируемое пробе, %;

100 — объемная доля безводного спирта, %.

Массовую концентрацию каждого определяемого вещества X_1, мг/дм^3, объемную долю метилового спирта X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_1, X_3 = \bar{X} \pm \frac{\delta\bar{X}}{100}, \quad (17)$$

где X — среднеарифметические значения результатов определения массовой концентрации, мг/дм^3, и объемной доли, %, определяемых веществ соответственно;

δ — границы относительной погрешности результата измерения, % (таблица 2).

Таблица 2

Наименование определяемого вещества	Диапазон массовой концентрации, мг/дм^3	Диапазон массовой доли, %	Границы относительной погрешности результата измерения δ, % (для P = 0,95)
Этиловый эфир уксусной кислоты Бутанол-2 Пропанол-1 Кротоновый альдегид Изобутанол Бутанол-1	 От 0,7 до 3,2 включ. Св. 3,2 » 18 »	 — —	 ±20 ±10
Метиловый спирт	От 3,5 до 90 включ.	—	±15
Уксусный альдегид Пропанол-2	От 0,7 до 3,2 включ. Св. 3,2 » 18 »	— —	±25 ±15

Результаты анализа массовых концентраций спиртов $C_3 + C_4$ представляют как сумму массовых концентраций пропанола-1, пропанола-2, бутанола-1,буманола-2, изобутанола, идентифицированных в образце (мг/дм^3), в пересчете на безводный спирт.

Считают, что кротоновый альдегид отсутствует в анализируемом спирте, если его пик не детектируется или отношение сигнал (высота пика кротонового альдегида) : шум не превышает значение 2 : 1.

7.7.2.7 Контроль точности результатов измерений

7.7.2.7.1 Контроль правильности построения градуировочной характеристики проводят каждый раз при построении градуировочной зависимости для всех градуировочных растворов.

Результат контроля признается положительным при выполнении условия

$$\frac{|X_{изм} - X_j|}{X_j} 100 \le L, \qquad (18)$$

где $X_{изм}$ — среднее значение массовой концентрации определяемого вещества, мг/дм^3, полученное из градуировочной характеристики;

X_j — массовая концентрация определяемого вещества, мг/дм^3, в j-м градуировочном растворе;

L — норматив контроля правильности построения градуировочной характеристики, %.

Значения L в зависимости от диапазона массовой концентрации и массовой доли определяемых веществ приведены в таблице 3.

7.7.2.7.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят не реже одного раза в месяц. Частоту контроля следует увеличить при большой интенсивности работы прибора.

Контроль проводят по готовым аттестованным градуировочным смесям по [16], или по [17], или по [18], или по свежеприготовленным по 7.7.2.2 градуировочным растворам. Используют два раствора в начале и конце диапазона измерений. Ввод проб в хроматограф осуществляют в соответствии с 7.7.2.3.

Обработку результатов проводят в соответствии с 7.7.2.6.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия

$$\frac{|X_к - X_{изм}|}{X_к} 100 \le K, \qquad (19)$$

где $X_к$ — массовая концентрация определяемого вещества, мг/дм^3, в контрольном растворе;

$X_{изм}$ — среднее значение массовой концентрации определяемого вещества, мг/дм^3, полученное из градуировочной характеристики;

K — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

Значения K в зависимости от диапазона массовой концентрации и массовой доли определяемых веществ приведены в таблице 3.

7.7.2.7.3 Оперативный контроль погрешности

Контроль погрешности результатов измерений проводят с использованием в качестве образцов для контроля готовых аттестованных смесей по [16], или по [17], или по [18], значения аттестованных концентраций должны находиться в диапазоне массовой концентрации и массовой доли определяемых веществ, указанных в таблице 2.

Норматив контроля погрешности вычисляют по формуле

$$N = \sqrt{\delta^2 + \left(\frac{100\Delta_{CO}}{X_{CO}}\right)^2}, \qquad (20)$$

где δ — граница относительной погрешности результата измерения, % (таблица 2);

Δ_{CO} — абсолютная погрешность аттестованного значения массовой концентрации определяемого вещества, мг/дм^3, стандартном образце (СО);

X_{CO} — аттестованное значение массовой концентрации определяемого вещества, мг/дм^3, в стандартном образце.

Результат контроля погрешности признается удовлетворительным, если выполняется условие

$$\frac{|\bar{X} - X_{CO}|}{X_{CO}} 100 \le N, \qquad (21)$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение измерений массовой концентрации определяемого вещества, мг/дм^3;

X_{CO} — аттестованное значение массовой концентрации определяемого вещества, мг/дм^3, в аттестованном или стандартном образце для контроля;

N — норматив оперативного контроля погрешности, %.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности определение повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Таблица 3

Наименование определяемого вещества	Диапазон массовой концентрации, мг/дм^3	Диапазон массовой доли, %	L, %	K, %,	d, %
Этиловый эфир уксусной кислоты Бутанол-2 Пропанол-1 Кротоновый альдегид Изобутанол Бутанол-1	 От 0,7 до 3,2 включ. Св. 3,2 » 18 »	 — —	 10 7	 13 10	 30 15
Метиловый спирт	От 3,5 до 90 включ.	—	6	8	10
Уксусный альдегид Пропанол-2	От 0,7 до 3,2 включ. Св. 3,2 » 18 »	—	15 9	18 12	35 20

7.7.2.7.1—7.7.2.7.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

7.8 Определение массовой доли битрекса

Определение проводят методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием спектрофотометрического детектора.

7.8.1 Аппаратура, материалы, реактивы, посуда

Хроматограф изократический «Стайер — UV/VS» со спектрофотометрическим детектором (СФД).

Колонка хроматографическая с внутренним диаметром 4 мм длиной 250 мм.

Фаза неподвижная Диасфер — 110-С-18 зернением 5 мкм или «Phenomenex LUNA C18» зернением 5 мкм.

Комплекс программно-аппаратный «МультиХром» ЗАО «Амперсенд» (г. Москва) либо любое другое аттестованное программное обеспечение, позволяющее проводить градуировку и количественное определение методом абсолютной градуировки.

Весы неавтоматического действия, обеспечивающие для навесок массой от 0,05 до 200 г относительную погрешность измерения не более ±1 %.

pH-метр микропроцессорный, модель «pH-410» производства «НПКФ АКВИЛОН» (г. Москва).

Микрошприцы вместимостью 100 мкл фирмы «Rheodyne» серия 1700, модель 810.

Фильтры мембранные с размером пор 0,45 мкм, диаметром 13 мм или 47 мм (каталог фирмы ЗАО «БиоХимМак СТ» (г. Москва). Каталожный номер 7.5 А 045.

Комплект для фильтрации образцов НФ-13 с фильтрами (каталог фирмы ЗАО «БиоХимМак СТ») (г. Москва).

Комплект для фильтрации и дегазации растворов с насадкой из политетрафторэтилена (ПТФЭ), колбой вместимостью 500 см^3 и переходником. Каталожный номер 7.5 А 153 (каталог фирмы ЗАО «БиоХимМак СТ») (г. Москва).

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ОП-3, ос. ч. [19].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Битрекс (денатониум бензоат) фирмы Макфарлан Смит Лимитед, или № 30914 (каталог фирмы Sigma-Aldrich 2000 г.), или любой другой фирмы с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрия додецилсульфат, х. ч. фирмы AppiChem (Германия), или № 55422 (каталог фирмы Sigma-Aldrich 2000 г.), или любой другой фирмы с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

Спирт этиловый ректификованный по действующей нормативной или технической документации с объемной долей не менее 96,2 %.

Пипетки 1-2-0,5 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы 2-10-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4-2-1-1, 4-2-1-5, 4-2-1-10 по ГОСТ 29227.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Флаконы стеклянные для градуировочных и анализируемых растворов вместимостью 1,8 и 5,0 $см^3$ с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками фирмы «Supelco», номера по каталогу 2-6951, 2-7037 и 2-7039.

7.8.2 Подготовка к анализу

7.8.2.1 Подготовка хроматографа

Хроматограф включают и подготавливают к работе в соответствии с его описанием и руководством по эксплуатации.

7.8.2.2 Подготовка посуды

Стеклянную посуду перед употреблением тщательно моют горячей водой с любым моющим средством, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

7.8.2.3 Приготовление пробы

Объем отобранной пробы, направленной в лабораторию для проведения определений, делят на две части и из каждой части готовят образец.

В стеклянный флакон вместимостью 1,8 $см^3$, предварительно ополоснув его отобранной пробой, пипеткой вместимостью 1 $см^3$ вносят 1 $см^3$ образца.

7.8.2.4 Приготовление подвижной фазы (элюента)

Фосфатный буферный раствор молярной концентрацией $c(NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O)$ = 0,1 моль/$дм^3$ готовят следующим образом: растворяют 13,8 г натрия фосфорнокислого однозамещенного 2-водного в 900 $см^3$ воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор тщательно перемешивают и доводят до метки водой. Затем 100 $см^3$ полученного буферного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют воду до метки, одновременно добавляя раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl)$ = 2 моль/$дм^3$ до pH = 3.

Полученный буферный раствор молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ с pH = 3 смешивают с ацетонитрилом в соотношении 40 : 60 (соответственно), затем добавляют из расчета на 1 $дм^3$ подвижной фазы 7,38 г додецилсульфата натрия. Требуемые объемы ацетонитрила и буферного раствора отмеряют мерными цилиндрами.

Готовый элюент фильтруют через мембранный фильтр и проводят вакуумную дегазацию.

7.8.2.5 Приготовление градуировочных растворов

Приготовление градуировочных растворов проводят при температуре окружающего воздуха 18 °С—22 °С.

Точно взвешенного в стаканчике 100 мг битрекса помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, куда предварительно вносят 50 $см^3$ этилового спирта. Раствор перемешивают до полного растворения битрекса и доводят до метки этиловым спиртом (раствор А). Результаты взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

От полученного раствора отбирают пипеткой 10 $см^3$ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки этиловым спиртом (раствор Б). Полученный раствор Б, содержащий 100 мг/$дм^3$ битрекса в этиловом спирте, фильтруют через мембранный фильтр, а затем используют для приготовления градуировочных растворов с массовой концентрацией 0,5; 1,0; 10,0; 50,0 мг/$дм^3$ битрекса в подвижной фазе.

а) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 50 мг/$дм^3$

5,0 $см^3$ раствора Б помещают с помощью пипетки вместимостью 5 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ и доводят до метки раствором подвижной фазы (элюента).

б) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 10 мг/$дм^3$

1,0 $см^3$ раствора Б помещают с помощью пипетки вместимостью 1 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ и доводят до метки раствором подвижной фазы.

в) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 1 мг/$дм^3$

1,0 $см^3$ раствора Б помещают с помощью пипетки вместимостью 1 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором подвижной фазы.

г) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,5 мг/$дм^3$

0,5 $см^3$ раствора Б помещают с помощью микропипетки вместимостью 0,5 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором подвижной фазы.

Все полученные растворы после фильтрования помещают в стеклянные флаконы вместимостью 5 $см^3$ с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками и хранят в холодильнике. Срок хранения — 6 месяцев.

7.8.2.6 Условия хроматографического анализа:

температура окружающего воздуха, °С	21 ± 3
атмосферное давление, мм рт. ст.	760 ± 40
относительная влажность воздуха, %	20—70
напряжение в электросети, В	220 ± 20
частота в электросети, Гц	50 ± 2

Режим работы ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектором задают либо с клавиатуры хроматографа в соответствии с руководством по эксплуатации, либо с клавиатуры ЭВМ в соответствии с руководством пользователя и контролируют на мониторах в следующем виде:

число длин волн	1
длина волны, нм	210
объем пробы, $см^3$	0,02
объемный расход потока подвижной фазы, $см^3$/мин	1,0 ± 1,5
время удерживания битрекса, мин	10 —20

Для улучшения технических и метрологических характеристик работы хроматографической системы рекомендуется использовать термостат колонок и проводить анализ при температуре 35 °С.

Перед началом анализа прокачивают через хроматографическую систему элюент до стабилизации базовой линии детектора в указанном режиме.

7.8.2.7 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа осуществляют последовательным вводом (в условиях проведения измерения) градуировочных растворов в порядке возрастания их массовых концентраций. Каждый раствор вводят в хроматограф не менее двух раз. Полученные значения площадей пиков усредняют и проверяют приемлемость выходных сигналов хроматографа по 7.8.7.1.

После математической обработки хроматограмм фиксируют параметры удерживания и площади пиков, строят градуировочные характеристики (ГХ), отражающие зависимость среднего значения площади пика от массовой концентрации битрекса в градуировочном растворе.

Градуировочный коэффициент K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{C_i}{\overline{S}_i}, \qquad (22)$$

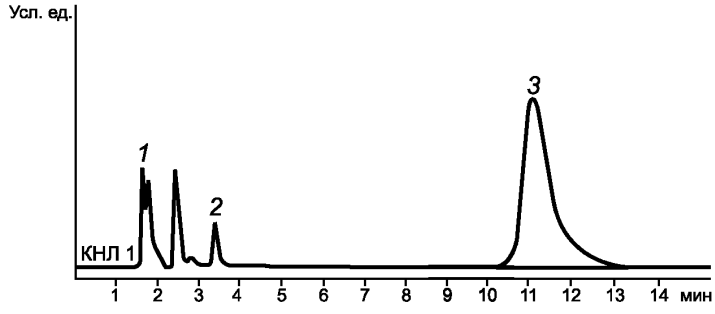
где C_i — массовая концентрация битрекса в градуировочном растворе, $мг/дм^3$;

$\overline{S}_i$ — среднее значение площади пика битрекса в градуировочном растворе, усл. ед.

За градуировочный коэффициент для определяемого компонента $\overline{K}$ принимают среднеарифметическое результатов всех K_i после проверки их приемлемости по 7.8.7.3.

Градуировку хроматографа проводят при внедрении методики, после мероприятий заведомо приводящих к ее изменению, а также при отрицательных результатах контроля по 7.8.7.4.

Типовая хроматограмма анализа градуировочного раствора представлена на рисунке 2.



1, *2* — неидентифицированные компоненты; *3* — битрекс

Рисунок 2 — Типовая хроматограмма градуировочного раствора

7.8.3 Проведение анализа

Количественный анализ пробы выполняют в условиях, приведенных в 7.8.2.6.

Определяемое вещество идентифицируют по времени удерживания в соответствии с градуировкой.

Проводят два параллельных определения массовой концентрации битрекса.

7.8.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию битрекса в анализируемом продукте X_4, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_4 = \overline{K} \cdot S, \quad (23)$$

где $\overline{K}$ — градуировочный коэффициент битрекса;

S — площадь пика битрекса в анализируемом продукте, усл. ед.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений. Проверку приемлемости результатов параллельных определений проводят по 7.8.7.2.

Массовую долю битрекса X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{X_4}{\rho \cdot 10000}, \quad (24)$$

где X_4 — массовая концентрация битрекса в растворе, мг/дм^3;

ρ — плотность раствора, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см^3;

10000 — коэффициент пересчета.

7.8.5 Характеристики погрешности измерений

Расширенную неопределенность измерений U, % (при коэффициенте охвата k = 2)*, вычисляют по формуле

$$U = 0{,}25 \cdot \overline{C}, \quad (25)$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов измерения массовой доли битрекса, %.

7.8.6 Оформление результатов измерений

Результаты анализа при записи в документах представляют в следующем виде:

$$(\overline{C} \pm U)\ \%,\ k = 2, \quad (26)$$

где U — значение расширенной неопределенности измерений (при коэффициенте охвата k = 2), приведенное в 7.8.5, %.

7.8.7 Контроль точности результатов измерений

7.8.7.1 Проверка приемлемости выходных сигналов хроматографа

Проверяемым параметром является относительный размах выходных сигналов хроматографа, который осуществляется при проведении градуировки, выполнении измерений и контроле стабильности градуировочной характеристики.

Результат проверки признается положительным при выполнении (для P = 0,95) условия:

$$\frac{S_{max} - S_{min}}{\overline{S}} \cdot 100 \le 10, \quad (27)$$

где S_{max} — максимальная площадь хроматографического пика, усл. ед.;

S_{min} — минимальная площадь хроматографического пика, усл. ед.;

$\overline{S}$ — среднеарифметическое значение площадей пиков, полученных при параллельных вводах пробы, усл. ед.

7.8.7.2 Проверка приемлемости результатов параллельных определений

Результат проверки признается положительным при выполнении (для P = 0,95) условия:

$$\frac{C_{max} - C_{min}}{\overline{C}} \cdot 100 \le 10, \quad (28)$$

где C_{max} — максимальное значение массовой доли битрекса, %;

C_{min} — минимальное значение массовой доли битрекса, %;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение массовой доли битрекса, полученное при параллельных вводах пробы, %.

7.8.7.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверка приемлемости градуировочной характеристики проводится каждый раз при построении градуировочной зависимости для всех градуировочных растворов.

---

* Значение расширенной неопределенности соответствует границе абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) при P = 0,95.

Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{K_{i_{max}} - K_{i_{min}}}{\bar{K}} \cdot 100 \le 15, \quad (29)$$

где $K_{i_{max}}$ — максимальное значение градуировочного коэффициента;

$K_{i_{min}}$ — минимальное значение градуировочного коэффициента;

$\bar{K}$ — среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента.

7.8.7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Рекомендуемая периодичность контроля — один раз в месяц. Контроль проводят по свежеприготовленным по 7.8.2.5 градуировочным растворам. Используют по одному раствору в начале и конце диапазона измерений. Ввод проб в хроматограф осуществляется в соответствии с 7.8.2.6, после чего проверяют выполнение условия 7.8.7.3.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$\frac{|K^* - \bar{K}|}{\bar{K}} \cdot 100 \le 17, \quad (30)$$

где K^* — среднее значение градуировочного коэффициента, вычисляемое по 7.8.2.7;

$\bar{K}$ — ранее установленное значение градуировочного коэффициента.

7.9 Допускается определение массовой доли битрекса по ГОСТ 31497 или по [20].

При разногласиях в оценке массовой доли битрекса определение проводят методом высокоэффективной жидкостной хроматографии по 7.8.

7.8, 7.9 **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

8 Транспортирование и хранение

8.1 Спирт транспортируют железнодорожным транспортом в соответствии с правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам и правилами перевозок грузов (часть 2, раздел 41); автомобильным транспортом — в соответствии с правилами перевозки опасных грузов автомобильным транспортом.

8.2 Цистерны заполняют с учетом полного использования их вместимости, а также объемного расширения продукта при возможном перепаде температуры в пути следования, но не более грузоподъемности.

8.3 Спирт в транспортной таре перевозят в крытых транспортных средствах, по железной дороге — повагонными или мелкими отправками.

8.4 Продукт, упакованный в транспортную тару вместимостью до 100 дм^3 включительно, транспортируют в пакетированном виде. Пакетирование — по ГОСТ 26663.

8.5 Хранение спирта осуществляют в соответствии с инструкцией по приемке, хранению, отпуску, транспортированию и учету этилового спирта, утвержденной в установленном порядке.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие спирта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения этилового спирта — 1 год со дня изготовления.

9.3 Срок годности спирта — не ограничен.

Приложение А
(обязательное)

Предупредительная маркировка

Содержание предупредительной маркировки:

- наименование продукции: спирт этиловый технический синтетический ректификованный и денатурированный;
- сведения об организации-производителе;
- описание опасности;
- символ: пламя;
- сигнальное слово: опасно (danger);
- краткая характеристика опасности;
- легковоспламеняющаяся жидкость. Пары образуют с воздухом взрывоопасные смеси (Highly flammable liquid and vapour);
- меры по предупреждению опасности;
- держать в герметичной таре;
- беречь от источников воспламенения, искр, открытого огня;
- использовать перчатки и защитные очки, респираторы по ГОСТ 12.4.296 с фильтрующими патронами марки А, в замкнутых пространствах — изолирующий шланговый противогаз ПШ-1 или ПШ-2;
- использовать взрывобезопасное оборудование и освещение;
- беречь от статического электричества;
- использовать искробезопасный инструмент;
- тушить пеной, порошком ПСБ, двуокисью углерода, распыленной водой, песком;
- при попадании на кожу немедленно снять всю загрязненную одежду, загрязненные участки кожи промыть водой;
- условия безопасного хранения;
- хранить в прохладном, хорошо вентилируемом месте.

Более полная информация по безопасному обращению продукции содержится в паспорте безопасности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Приложение Б
(справочное)

Библиография

[1]	ГН 2.2.5.1313-03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
[2]	МУ № 4470-87	Газохроматографическое измерение концентраций алифатических спиртов C_1 —C_8 в воздухе рабочей зоны. — М.: 1988, выпуск XXII. — С.6.
[3]	Р 2.2.2006-05	Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда
[4]	ГН 2.2.5.2308-07	Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
[5]	ГН 2.1.6.1338-03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
[6]	ТУ 25-2021.003-88	Термометры ртутные стеклянные лабораторные
[7]	ТУ 51-940-80	Гелий газообразный
[8]	ТУ 38.402-62-148-94	Альдегид уксусный технический
[9]	ТУ 6-09-667-76	СТХ этилацетат
[10]	ТУ 6-09-783-76	1-пропанол для хроматографии (пропиловый спирт) химически чистый
[11]	ТУ 6-09-4522-77	2-пропанол для хроматографии (изопропиловый спирт) химически чистый
[12]	ТУ 6-09-1708-77	1-бутанол для хроматографии (бутиловый спирт) химически чистый
[13]	ТУ 6-09-664-76	2-бутанол для хроматографии (втор-бутиловый спирт, метилэтилкарбинол) химически чистый
[14]	ТУ 6-09-4354-77	2-метил-1-пропанол для хроматографии (изобутиловый спирт) химически чистый
[15]	ТУ 6-09-1709-77	Метанол-яд для хроматографии (метиловый спирт) химически чистый
[16]	МСО 1748:2011	Межгосударственный стандартный образец состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС-1, РС-2, РС-3)
[17]		Аттестованная градуировочная смесь для анализа спирта на подлинность (ГСПС-1, ГСПС-2, ГСПС-3) по ГОСТ 32039—2013
[18]	ГСО 8355—2003	Государственный стандартный образец состава этанола
[19]	ТУ 6-09-14-2167-84	Ацетонитрил для жидкостной хроматографии 3 осч.
[20]	МУК 4.1.1489-03	Определение массовой доли битрекса (денатоний бензоата) в этиловом спирте и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья методами спектрофотометрии и тонкослойной хроматографии
[21]	СТО 55871762-004-2010	Стандарт организации. Спирт этиловый синтетический технический и денатурированный. Газохроматографический метод определения содержания изопропилового спирта
[22]	МИ № 1-2013-04-01	Методика измерений объемных долей ацетона, метилэтилкетона, н-бутилового, втор-бутилового, трет-бутилового и изобутилового спиртов в пробах этилового спирта, спиртосодержащей продукции методом газовой хроматографии

ПРИЛОЖЕНИЕ Б. **(Введено дополнительно, Изм. № 1, 2).**

УДК 661.722:006.354 ОКС 71.080.60 Л25 ОКП 24 2101

Ключевые слова: спирт этиловый технический синтетический ректификованный, спирт этиловый технический синтетический ректификованный денатурированный денатониум бензоат (битрекс) марки А и Б, назначение, маркировка, упаковка, требования безопасности, легковоспламеняющаяся жидкость, охрана окружающей среды, правила приемки, методы анализа, газохроматографический метод, хроматограмма, транспортирование и хранение, гарантии изготовителя

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 03.05.2018. Подписано в печать 31.05.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95.
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