

**Изменение № 1 ГОСТ Р 52363—2005 Спиртосодержащие отходы спиртового и ликероводочного производства. Газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей**

**Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.11.2012 № 1300-ст**

**Дата введения — 2013—07—01**

Раздел 1. Первый абзац. Заменить слова: «ацетона, 2-бутанона и диацетила» на «кетонов (ацетона, 2-бутанона и диацетила)».

Раздел 2. Исключить ссылку на ГОСТ 5964—93 и наименование; дополнить ссылкой:

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

заменить ссылку: ГОСТ 12.1.019—79 на ГОСТ Р 12.1.019—2009, ГОСТ Р 8.563—96 на ГОСТ Р 8.563—2009, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 на ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009;

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

Пункт 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 5964 на ГОСТ Р 52473.

Пункт 4.2. Заменить слова: «Колонка газохроматографическая капиллярная HP-FFAP (США) 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм» на «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».

Подпункт 4.4.4. Третий абзац. Заменить ссылку: (4.5.2) на (3.14).

Подпункт 4.5.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повтораемости) $\sigma_{RP}$ , %	Предел повторяемости $r_p$ , $r$ , % ( $P = 0,95$ , $n = 2$ )	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) $\sigma_{RP}$ , $\sigma_R$ , %	Границы относительной погрешности $\pm \delta_r$ , $\pm \delta$ , % ( $P = 0,95$ , $n = 2$ )
Сивушное масло: 2-пропанол, г/дм <sup>3</sup> 1-пропанол, г/дм <sup>3</sup> 1-бутанол, г/дм <sup>3</sup> изобутиловый спирт, г/дм <sup>3</sup> изоамиловый спирт, г/дм <sup>3</sup>	От 0,01 до 100 включ. То же » » »	5 То же » » »	15 То же » » »	7 То же » » »	15 То же » » »

(Продолжение см. с. 96)

Окончание таблицы 1

Определяемое токсичное вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель погрешности (ОСКО* погрешности) $\sigma_{r^*}$ , %	Предел погрешности $r_p$ , $r$ , % ( $P = 0,95$ , $n = 2$ )	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) $\sigma_{R^*}$ , %	Границы относительной погрешности $\pm \delta_r$ , % ( $P = 0,95$ , $n = 2$ )
Кетоны: ацетон, г/дм <sup>3</sup> 2-бутанон, г/дм <sup>3</sup> диацетил, г/дм <sup>3</sup> уксусный альдегид, г/дм <sup>3</sup>	От 0,01 до 100 включ. То же » »	5 То же » »	15 То же » »	7 То же » »	15 То же » »
Сложные эфиры: этилацетат, г/дм <sup>3</sup> этилформиат, г/дм <sup>3</sup> этилпропионат, г/дм <sup>3</sup> изобутилацетат, г/дм <sup>3</sup> этилбутират, г/дм <sup>3</sup> изоамилацетат, г/дм <sup>3</sup>	От 0,05 до 100 включ. От 0,01 до 100 включ. То же » » » »	6 То же » » » »	17 То же » » » »	8 То же » » » »	20 То же » » » »
Метиловый спирт (метанол), объемная доля, %	От 0,01 до 10 включ.	5	15	7	15
* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.					

Подпункт 4.5.2. Формула (2). Экспликацию изложить в новой редакции: «где 2 — число параллельных определений;

$C_{i1}$ ,  $C_{i2}$  — результаты параллельных определений массовой концентрации  $i$ -го вещества (кроме метилового спирта) в анализируемой пробе, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства) и мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства);

(Продолжение см. с. 97)

- 100 — множитель для пересчета в проценты;  
 $X_1, X_2$  — результаты двух параллельных определений объемной доли метилового спирта в анализируемой пробе, %, в пересчете на безводный спирт;  
 $r_1, r$  — пределы повторяемости (таблица 1)  $i$ -го вещества и метилового спирта».

Подпункт 4.5.3. Перечисление а). Первый абзац. Заменить слова: «фракции головной» на «головной фракции».

Подпункт 4.5.4 изложить в новой редакции:

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

$X_{\text{ср}} \pm \Delta_x$  ( $P = 0,95$ ), объемная доля, %, в пересчете на безводный спирт;

$C_{\text{иср}} \text{ г/дм}^3 \pm \Delta_{\text{ic}} \text{ г/дм}^3$  ( $P = 0,95$ ),  $\text{г/дм}^3$ , в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства);

$C_{\text{иср}} \text{ мг/дм}^3 \pm \Delta_{\text{ic}} \text{ мг/дм}^3$  ( $P = 0,95$ ),  $\text{мг/дм}^3$ , в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства), где  $C_{\text{иср}} \text{ г/дм}^3$  — среднеарифметическое значение двух результатов измерений

массовой концентрации  $i$ -го вещества (кроме метилового спирта), признанных приемлемыми,  $\text{г/дм}^3$ , в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства);

$C_{\text{иср}} \text{ мг/дм}^3$  — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой концентрации  $i$ -го вещества (кроме метилового спирта), признанных приемлемыми,  $\text{мг/дм}^3$ , в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства);

$X_{\text{ср}}$  — среднеарифметическое значение двух результатов измерений объемной доли метилового спирта, признанных приемлемыми, %, в пересчете на безводный спирт;

$\pm \Delta_{\text{ic}} \text{ г/дм}^3$  — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации  $i$ -го вещества (кроме метилового спирта) в пересчете на безводный спирт,  $\text{г/дм}^3$  (для спиртосодержащих отходов спиртового производства);

$\pm \Delta_{\text{ic}} \text{ мг/дм}^3$  — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации  $i$ -го вещества (кроме метилового спирта),  $\text{мг/дм}^3$ , в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства);

(Продолжение см. с. 98)

$\pm \Delta_x$  — границы абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метилового спирта, %, в пересчете на безводный спирт.

Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации  $i$ -го вещества (кроме метилового спирта)  $\pm \Delta_{ic}$  г/дм<sup>3</sup>, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства),  $\pm \Delta_{ic}$  мг/дм<sup>3</sup>, мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства) и значение абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метилового спирта  $\pm \Delta_x$ , %, в пересчете на безводный спирт, рассчитывают по формулам:

$$\begin{aligned}\pm \Delta_{ic} \text{ г/дм}^3 &= \pm 0,01 \cdot \delta_i \cdot C_{icp} \text{ г/дм}^3, \\ \pm \Delta_{ic} \text{ мг/дм}^3 &= \pm 0,01 \cdot \delta_i \cdot C_{icp} \text{ мг/дм}^3 \text{ и} \\ \pm \Delta_x &= \pm 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp},\end{aligned}\tag{4a}$$

где 0,01 — множитель для пересчета процентов в доли единицы;  
 $\pm \delta_i$ ,  $\pm \delta$  — границы относительной погрешности, % (таблица 1)».

Пункт 4.5 дополнить подпунктами — 4.5.5, 4.5.6:

«4.5.5 Значения абсолютной погрешности должны содержать не более двух значащих цифр, при этом числовое значение результата измерений ( $C_{icp}$  г/дм<sup>3</sup>,  $C_{icp}$  мг/дм<sup>3</sup> и  $X_{cp}$ ) после округления должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности.

Результаты анализа сложных эфиров представляют как сумму измеренных массовых концентраций сложных эфиров, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства) или, мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства).

Результаты анализа сивушного масла представляют как сумму измеренных массовых концентраций компонентов сивушного масла, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства) или, мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства).

4.5.6 Если содержание компонента ниже или выше границ диапазона измерений массовых концентраций или объемных долей, установленных настоящим стандартом, то результаты представляют в виде  $C_{icp} < 0,01$  г/дм<sup>3</sup> или  $C_{icp} > 100$  г/дм<sup>3</sup>, для массовой концентрации  $i$ -го компонента и  $X_{cp} < 0,01$  % или  $X_{cp} > 10$  % — для объемной доли метилового спирта».

(Продолжение см. с. 99)

Подпункт 4.6.3. Формула (5). Экспликацию изложить в новой редакции:  
«где  $C_{icp1}$ ,  $C_{icp2}$  — среднеарифметические значения массовой концентрации  $i$ -го вещества, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства) или, мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства);

$X_{cp1}$ ,  $X_{cp2}$  — среднеарифметические значения объемной доли метилового спирта, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5 в пересчете на безводный спирт, %.

$CD_{0,95}$ ,  $CD_{0,95}$  — значения критической разности для массовой концентрации  $i$ -го вещества, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства) или, мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства) и объемной доли метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, которые вычисляют по формулам»;

формула (6). Экспликацию изложить в новой редакции:

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

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

$\sigma_{Rp}$ ,  $\sigma_R$  — показатели воспроизводимости (таблица 1)  $i$ -го вещества и метилового спирта, %;

$\sigma_{rp}$ ,  $\sigma_r$  — показатели повторяемости (таблица 1)  $i$ -го вещества и метилового спирта, %;

$n_1$ ,  $n_2$  — число единичных результатов (параллельных определений) в первой и второй лабораториях;

$C_{icp1,2}$  — среднеарифметическое значение результатов определения массовой концентрации  $i$ -го вещества, полученных в первой и второй лабораториях, г/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов спиртового производства) или, мг/дм<sup>3</sup>, в пересчете на безводный спирт (для спиртосодержащих отходов ликероводочного производства) вычисляют по формуле»;

(Продолжение см. с. 100)

формула (7). Экспликацию изложить в новой редакции:

« $X_{\text{ср}1,2}$  — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли метилового спирта, полученных в первой и второй лабораториях, в пересчете на безводный спирт, %, вычисляются по формуле».

Пункт 4.7 изложить в новой редакции:

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

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

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с 4.2 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и Б.14 ГОСТ Р 8.563.

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

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

Контроль стабильности показателя правильности результатов измерений проводят с использованием в качестве образца для контроля одного из образцов аттестованных градуировочных смесей, приготовленных по приложению А и не используемых при градуировке хроматографа.

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

Стандарт дополнить разделом 6:

#### **«6 Требования к условиям измерений»**

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

Приложение А. Пункт А.2 изложить в новой редакции:

#### **«А.2 Метрологические характеристики»**

А.2.1 Компонентный состав и метрологические характеристики аттестованной исходной смеси веществ (ИСВ) приведены в таблице А.1.

(Продолжение см. с. 101)

Т а б л и ц а А.1

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности ( $P=0,95$ ), %
Массовая концентрация уксусного альдегида, г/дм <sup>3</sup>	7,8	± 2,5
Массовая концентрация этилформиата, г/дм <sup>3</sup>	9,2	± 2,5
Массовая концентрация этилацетата, г/дм <sup>3</sup>	27,0	± 3,0
Массовая концентрация 2-пропанола, г/дм <sup>3</sup>	7,9	± 2,5
Массовая концентрация этилпропионата, г/дм <sup>3</sup>	9,9	± 2,5
Массовая концентрация изобутилацетата, г/дм <sup>3</sup>	8,7	± 2,5
Массовая концентрация 1-пропанола, г/дм <sup>3</sup>	8,0	± 2,5
Массовая концентрация этилбутирата, г/дм <sup>3</sup>	8,8	± 2,5
Массовая концентрация изобутилового спирта, г/дм <sup>3</sup>	8,0	± 2,5
Массовая концентрация изоамилацетата, г/дм <sup>3</sup>	8,7	± 2,5
Массовая концентрация 1-бутанола, г/дм <sup>3</sup>	8,1	± 2,5
Массовая концентрация изоамилового спирта, г/дм <sup>3</sup>	8,1	± 2,5
Массовая концентрация ацетона, г/дм <sup>3</sup>	7,9	± 2,5
Массовая концентрация 2-бутанона, г/дм <sup>3</sup>	8,1	± 2,5
Массовая концентрация диацетила, г/дм <sup>3</sup>	9,8	± 2,5
Объемная доля метилового спирта, %	6,0	± 3,0

А.2.2 Компонентный состав и метрологические характеристики градуировочных смесей (ГСП-1, ГСП-2, ГСП-3) приведены в таблице А.2.

(Продолжение см. с. 102)

Т а б л и ц а А.2

Наименование компонента	ГСП-1		ГСП-2		ГСП-3	
	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности ( $P = 0,95$ ), %	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности ( $P = 0,95$ ), %	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности ( $P = 0,95$ ), %
Уксусный альдегид, г/дм <sup>3</sup>	0,78	± 4	0,078	± 5	0,0078	± 5
Этилформиат, г/дм <sup>3</sup>	0,92	± 4	0,092	± 5	0,0092	± 5
Этилацетат, г/дм <sup>3</sup>	2,70	± 4	0,27	± 4	0,027	± 4
2-пропанол, г/дм <sup>3</sup>	0,79	± 4	0,079	± 5	0,0079	± 5
Этилпропионат, г/дм <sup>3</sup>	0,99	± 4	0,099	± 5	0,0099	± 5
Изобутилацетат, г/дм <sup>3</sup>	0,87	± 4	0,087	± 5	0,0087	± 5
1-пропанол, г/дм <sup>3</sup>	0,80	± 4	0,080	± 5	0,0080	± 5
Этилбутират, г/дм <sup>3</sup>	0,88	± 4	0,088	± 5	0,0088	± 5
Изобутиловый спирт, г/дм <sup>3</sup>	0,80	± 4	0,080	± 5	0,0080	± 5
Изоамилацетат, г/дм <sup>3</sup>	0,87	± 4	0,087	± 5	0,0087	± 5
1-бутанол, г/дм <sup>3</sup>	0,81	± 4	0,081	± 5	0,0081	± 5
Изоамиловый спирт, г/дм <sup>3</sup>	0,81	± 4	0,081	± 5	0,0081	± 5
Ацетон, г/дм <sup>3</sup>	0,79	± 4	0,079	± 5	0,0079	± 5
2-бутанон, г/дм <sup>3</sup>	0,81	± 4	0,081	± 5	0,0081	± 5
Диацетил, г/дм <sup>3</sup>	0,98	± 4	0,098	± 5	0,0098	± 5
Метилловый спирт, %	0,60	± 3	0,06	± 4	0,0060	± 4

подпункт А.4.1. Заменить слова: «исходного раствора веществ» на «исходной смеси»;

подпункт А.4.2. Первый абзац. Заменить слова: «исходного раствора веществ, содержащего» на «исходной смеси, содержащей»;

(Продолжение см. с. 103)

подпункт А.4.3. Последний абзац. Заменить слова: «исходного раствора, приготовленного» на «исходной смеси веществ, приготовленной»;

подпункт А.4.4. Последний абзац. Заменить слова: «исходного раствора, приготовленного» на «градуировочной смеси (ГСП-1), приготовленной»;

подпункт А.4.5. Последний абзац. Заменить слова: «исходного раствора, приготовленного» на «градуировочной смеси (ГСП-2), приготовленной»;

пункт А.6. Исключить слова: «2-й категории»;

пункт А.7 изложить в новой редакции:

**«А.7 Требования к упаковке и маркировке**

Исходную смесь веществ, приготовленную по А.4.2, разливают во флаконы по [19] и укупоривают полиэтиленовыми пробками ПП-12 по [20].

На флаконы наклеивают этикетки, на которых указывают:

*(Продолжение см. с. 104)*

- организацию-изготовителя;
- индекс аттестованной исходной смеси веществ (ИСВ);
- номер свидетельства об аттестации;
- дату выпуска;
- срок годности.

На флаконы с градуировочными смесями (ГСП-1, ГСП-2 и ГСП-3), приготовленными по А.4.3 — А.4.5, наклеивают этикетки, на которых указывают:

- индекс градуировочной смеси;
- дату приготовления;
- срок годности.;

пункт А.8 Первый абзац. Заменить слова: «Исходный раствор веществ, приготовленный» на «Исходную смесь веществ, приготовленную».

Библиографические данные. Ключевые слова. Заменить слова: «ацетон, 2-бутанон, диацетил» на «кетоны (ацетон, 2-бутанон, диацетил)».

(ИУС № 2 2013 г.)