
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
31811—
2012

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ И СПИРТСОДЕРЖАЩАЯ ПРОДУКЦИЯ

Газохроматографический метод
определения содержания кротонового альдегида
(денатурирующей добавки)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии Россельхозакадемии (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1666-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31811—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52788—2007*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1666-ст ГОСТ Р 52788—2007 отменен с 1 июля 2013 г.

© Стандартиформ, оформление, 2013, 2019



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

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ И СПИРТОСОДЕРЖАЩАЯ ПРОДУКЦИЯ**Газохроматографический метод определения содержания кротонового альдегида
(денатурирующей добавки)**

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

Дата введения — 2013—07—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 нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

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

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

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5964* Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

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

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

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

* В Российской Федерации действуют ГОСТ 32013—2012 «Спирт этиловый. Метод определения наличия фурфурола», ГОСТ 32036—2013 «Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

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

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

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

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.eurasia.org) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб и подготовка образцов

3.1 Отбор проб продуктов — по ГОСТ 2517, ГОСТ 5964, ГОСТ 17299, ГОСТ 18300, а также по нормативным документам, действующим на территории стран, принявших стандарт.

3.2 Готовят образец продукта. Для этого из одной бутылки, направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 см³, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 1 см³ вносят 1 см³ 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 кротенового альдегида, с использованием капиллярных колонок в образце продукта и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — не более 10 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 мм³.

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 см³ 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 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 дм³/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.

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

Градуировку хроматографа выполняют один раз в неделю.

* Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение кротонового альдегида указанной фирмы.

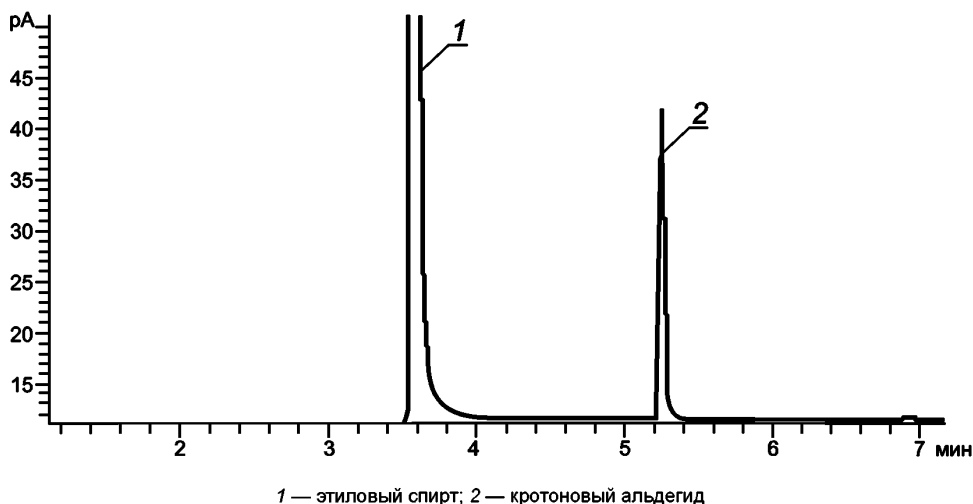


Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой НР-РРДР*

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 мм³ вводят 0,2—0,5 мм³ 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 ИСО 5725-1.

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

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

* Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение кротонового альдегида указанной фирмы.

где 2 — число параллельных определений;

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

100 — множитель для пересчета в проценты;

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

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 Γ , вычисляемый по формуле

$$\Gamma = 100 : O_d, \quad (2)$$

где 100 — объемная доля безводного спирта, %;

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

4.5.4 Результат анализа представляют в виде:

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

где $X_{\text{ср}}$ — 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 $X_{\text{ср}} < 0,10$ объемной доли кротонового альдегида, %, или $X_{\text{ср}} > 0,40$ 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

$$|X_{\text{ср}1} - X_{\text{ср}2}| \leq CD_{0,95}, \quad (3)$$

где $X_{\text{ср}1}, X_{\text{ср}2}$ — 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

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot X_{\text{ср}1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 / 2}, \quad (4)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ 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, %;

$X_{\text{ср}1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли кротонового альдегида, полученных в первой и второй лабораториях, %:

$$X_{\text{ср}1,2} = \frac{X_{\text{ср}1} + X_{\text{ср}2}}{2}. \quad (5)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифме-

тическое значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-1. При разногласиях руководствуются ГОСТ ИСО 5725-1.

4.7 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ ИСО 5725-1 с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе следует соблюдать:

- правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением;
- 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 ректифицированном 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 ректифицированном 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 по 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 ректифицированный из пищевого сырья по нормативным документам, действующим на территории стран, принявших стандарт.

Кротоновый альдегид производства 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 ректифицированном 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 ректифицированном спирте

А.4.1.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 40 см³ этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 0,5 см³ вносят 0,4 см³ кротонового альдегида.

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

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

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 40 см³ этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 50 см³ вносят 50 см³ градуировочной смеси объемной долей кротонового альдегида 0,40 %, приготовленной по А.4.1. Далее повторяют операции по А.4.1.2.

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

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 40 см³ этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 50 см³ вносят 50 см³ градуировочной смеси объемной долей кротонового альдегида 0,20 %, приготовленной по А.4.2. Далее повторяют операции по А.4.1.2.

* Используют аттестованные градуировочные смеси, действующие на территории государства, принявшего стандарт.

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 см³ ($\pm 0,5$ %), пипеток вместимостью 0,5 см³ (± 2 %) и вместимостью 50 см³ (± 1 %).

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

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

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

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 ректифицированном спирте

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

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

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 ректифицированном спирте

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

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

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 шлифованной 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.

УДК 663.5.543.06:006.354
661.722:543.06:006.354

МКС 67.160.10
71.080.60

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 *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 03.04.2019. Подписано в печать 24.06.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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