
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52574—
2006

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ СИНТЕТИЧЕСКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ И ДЕНАТУРИРОВАННЫЙ

Технические условия

Издание официальное

БЗ 5—2006/101



Москва
Стандартинформ
2006

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Государственный научно-исследовательский институт биосинтеза белковых веществ» (ОАО «ГОСНИИСИНТЕЗБЕЛОК»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 326 «Биотехнологическая продукция немедицинского назначения»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 августа 2006 г. № 217-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ, 2006

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 5

7 Методы анализа. 5

8 Транспортирование и хранение 11

9 Гарантии изготовителя. 11

Библиография. 12

к ГОСТ Р 52574—2006 Спирт этиловый синтетический технический и денатурированный. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3	от 29 августа	от 29 сентября

(ИУС № 2 2007 г.)

**СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ СИНТЕТИЧЕСКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
И ДЕНАТУРИРОВАННЫЙ****Технические условия**

Technical and denatured synthetic ethyl alcohol.
Specifications

Дата введения — 2007—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический и денатурированный технический синтетический этиловый спирт (далее — спирт), предназначенный для использования в качестве растворителя в различных отраслях промышленности, для изготовления различной химической продукции, в качестве сырья для получения ректификованных, денатурированных спиртов, а также для поставки на экспорт.

Денатурированный спирт в качестве денатурирующей добавки содержит кротоновый альдегид.

Формула: C_2H_5OH .

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2003 г.) — 46,07.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 12.4.026—2001 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная. Назначение и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ Р 51330.11—99 Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 12. Классификация смесей газов и паров с воздухом по безопасным экспериментальным максимальным зазорам и минимальным воспламеняющим токам

ГОСТ Р 51698—2000 Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

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 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

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

Общие технические условия

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9968—86 Метилен хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 10749.5—80 Спирт этиловый технический. Метод определения кислот

ГОСТ 10749.9—80 Спирт этиловый технический. Методы определения сухого остатка

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

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 17269—71 Респираторы фильтрующие газопылезащитные РУ-60м и РУ-60му. Технические условия

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

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

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

ГОСТ 22967—90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

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

Общие технические требования

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

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

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

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Значение показателя				Метод анализа
	Спирт этиловый синтетический технический ОКП 24 2121		Спирт этиловый синтетический технический денатурированный ОКП 24 2105		
	Сорт I	Сорт II	Сорт I	Сорт II	
1 Внешний вид, цвет	Бесцветная прозрачная жидкость, не содержа- щая механических примесей				По 7.3
2 Объемная доля этилово- го спирта, %, не менее	92,5				По ГОСТ 3639
3 Массовая концентрация кислот в пересчете на уксусную кислоту, мг/дм ³ , не более	7				По ГОСТ 10749.5
4 Объемная доля уксусного альдегида, %, не более	0,7				По 7.6
5 Объемная доля крото- нового альдегида, %	Не более 0,2		Не менее 0,2		
6 Объемная доля диэти- лового эфира, %, не более	1	2	1	2	
7 Массовая концентрация сухого остатка, мг/дм ³ , не бо- лее	5				По ГОСТ 10749.9

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, сорта продукта;
- номера партии;
- объема в декалитрах;
- даты изготовления;
- обозначения настоящего стандарта.

Способ нанесения надписей — по ГОСТ 14192.

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 I по ГОСТ 21029; стальные бочки типа I по ГОСТ 6247 и по ГОСТ 17366; стальные или стальные оцинкованные бочки типа 1A1 по ГОСТ 13950.

Вместимость бочек — 85—275 дм³.

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 (малоопасным веществам).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров этилового спирта в воздухе рабочей зоны — 2000/1000 мг/м³ по [1].

4.2 Контроль концентрации паров спирта в воздухе рабочей зоны проводят по [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 Индивидуальные средства защиты: защитные очки, перчатки, спецодежда в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке, и требованиями ГОСТ 12.4.011; респираторы по ГОСТ 17269 с фильтрующими патронами марки А; в замкнутых пространствах — изолирующий шланговый противогаз ПШ-1 или ПШ-2; в аварийных ситуациях — фильтрующий промышленный противогаз типа I марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.121.

4.6 Этиловый спирт — легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки технического и денатурированного спиртов — 14 °С, температура самовоспламенения — 403 °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 ГОСТ 12.1.044.

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

4.8 При работе с продуктом, отборе проб, сливно-наливных операциях следует соблюдать требования электростатической искробезопасности по ГОСТ 12.1.018.

4.9 В производственных помещениях должны быть предусмотрены следующие меры предосторожности: герметизация оборудования и аппаратов, общеобменная приточно-вытяжная и местная вентиляция в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

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

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

4.10 Пожаровзрывобезопасность при производстве спирта следует обеспечивать в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.010.

Категория взрывоопасности смеси паров этилового спирта с воздухом — IIA по ГОСТ Р 51330.11, группа взрывоопасных смесей — Т2 по ГОСТ Р 51330.5.

Довзрывоопасную концентрацию в помещениях определяют с помощью автоматических стационарных сигнализаторов.

В соответствии с требованиями пожарной безопасности по совместному хранению материалов и веществ (см. ГОСТ 12.1.004, приложение 7) спирт относится к разряду опасных веществ категории 321.

4.11 При производстве спирта и работе с ним следует соблюдать 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 герметичное оборудование и трубопроводы.

5.2 ПДК паров этилового спирта в атмосферном воздухе населенных мест — 5 мг/м³ (4-й класс опасности) [4].

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

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 железнодорожных цистернах и автоцистернах партией считают каждую цистерну.

6.2 Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес; наименование страны-изготовителя;
- наименование, сорт;
- 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 железнодорожных цистернах и автоцистернах проверке подвергают каждую цистерну.

Допускается изготовителю отбирать пробу из товарного резервуара.

6.5 Массовую концентрацию сухого остатка изготовитель определяет по требованию потребителя.

6.6 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 или товарного резервуара той же партии. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

7 Методы анализа

7.1 Отбор проб — по ГОСТ 2517.

Из товарного резервуара отбирают не менее трех точечных проб с помощью пробоотборного крана. При отсутствии пробоотборного крана пробы отбирают так же, как из цистерны.

7.2 Общие указания

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 Внешний вид и цвет спирта определяют визуально в светлом хорошо проветриваемом помещении. Спирт наливают в цилиндр по ГОСТ 1770 или пробирку из бесцветного стекла по ГОСТ 25336 высотой 15 см и сравнивают его с дистиллированной водой по ГОСТ 6709, налитой в такой же цилиндр или пробирку. Содержимое рассматривают сверху вниз по оси сосудов на белом фоне при дневном свете. Одновременно определяют наличие механических примесей.

7.4 Определение объемной доли этилового спирта — по ГОСТ 3639 (раздел 2).

7.5 Определение массовой концентрации кислот в пересчете на уксусную кислоту — по ГОСТ 10749.5.

7.6 Определение объемной доли уксусного альдегида, кротонового альдегида и диэтилового эфира

Определение проводят методом газовой хроматографии на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором с применением «внутреннего эталона».

7.6.1 Аппаратура, посуда и реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ г/с.

Весы лабораторные по ГОСТ 24 104 среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

Шприц медицинский вместимостью 1 см³ по ГОСТ 22967.

Секундомер механический.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 или микроскоп измерительный.

Микрошприц типа МШ или микрошприц фирм Hewlett Packard, Agilent Technologies вместимостью 1 или 10 мм³.

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали или стекла длиной 3—5 м, диаметром 3—4 мм. Допускается применение капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

Стакан Н-1-10 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50-2 или 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Чашка фарфоровая выпарительная № 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Баня водяная.

Склянка для отбора и приготовления искусственных смесей любого типа с пробкой, обеспечивающей герметичность и имеющей резиновую мембрану.

Носитель твердый: диохром Н, хроматон Н или другие диатомитовые носители с частицами размером 0,16—0,50 мм.

Фаза неподвижная: диглицерин и полидиэтиленгликольсукцинат.

Газ-носитель: азот по ГОСТ 9293 особой чистоты или 1-го сорта повышенной чистоты или гелий газообразный очищенный марки А или Б.

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. н-Октан для хроматографии («внутренний эталон»).

Метилен хлористый (дихлорметан) для хроматографии или по ГОСТ 9968, высшего сорта.

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

Эфир этиловый технический с массовой долей основного вещества не менее 90 % или эфир диэтиловый (серный) марки ЭМ или ЭП.

Альдегид уксусный технический с массовой долей основного вещества не менее 99,6 %.

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

7.6.2 Подготовка к анализу

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

7.6.2.2 Приготовление сорбента и стабилизация насадочной колонки

Для анализа готовят смешанный сорбент, состоящий из 25 % носителя с нанесенным на него диглицерином и 75 % носителя с нанесенным на него полидиэтиленгликольсукцинатом.

В стакане взвешивают диглицерин в количестве 20 % массы твердого носителя и растворяют его в смеси этилового спирта и воды (4 : 1 по объему). Затем в таком же стакане взвешивают полидиэтиленгликольсукцинат в количестве 20 % массы твердого носителя и растворяют его в хлористом метиле. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

Объем растворителя должен быть примерно равным, но не превышающим объем твердого носителя. Носитель в чашках заливают раствором жидкой фазы. Содержимое чашек тщательно перемешивают, чашки переносят на водяную баню и, не переставая перемешивать содержимое, испаряют растворитель под тягой. Стаканы ополаскивают соответствующим растворителем, который сливают в те же чашки.

Приготовленные сорбенты смешивают в вышеуказанном соотношении и заполняют колонку.

Заполненную сорбентом колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя ее к детектору, продувают газом-носителем с объемным расходом 25—35 см³/мин при температуре от 60 °С до 75 °С до тех пор, пока не установится стабильная нулевая линия при максимальной чувствительности прибора.

7.6.3 Условия хроматографического анализа

7.6.3.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

объемный расход газа-носителя, см ³ /мин	25—35
температура термостата, °С	60—75
температура испарителя, °С	50—60
температура детектора, °С	100—200
объем пробы, мм ³	0,5—2,0
скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	240—600.

Чувствительность регистрирующего устройства устанавливают так, чтобы при массовой доле кротонового альдегида 0,1 % высота пика была не менее 25 мм.

Допускается проведение анализа при других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры, обеспечивающих аналогичное разделение компонентов и последовательность выхода компонентов, аналогичную приведенной на рисунке 1.

7.6.3.2 Градуировка хроматографа

Прибор градуируют по трем градуировочным смесям с применением «внутреннего эталона», в качестве которого используют н-октан.

Состав градуировочных смесей должен быть близким к анализируемой пробе спирта по нормируемым показателям.

Для приготовления градуировочных смесей во взвешенную склянку цилиндром наливают 30 см³ технического ректифицированного спирта, закрывают пробкой и взвешивают. Через мембрану шприцем в склянку последовательно вводят компоненты, по которым градуируют прибор. Первым вводят кротоновый альдегид, затем н-октан, диэтиловый эфир и уксусный альдегид.

Масса навески кротонового альдегида должна быть около 0,05 г; н-октана около 0,08 г; диэтилового эфира и уксусного альдегида около 0,25 и 0,15 г соответственно.

Для каждого компонента используют индивидуальный шприц. Шприцы, которыми вводят диэтиловый эфир и уксусный альдегид, охлаждают в морозильной камере холодильника. После введения каждого компонента проводят взвешивание. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Перед введением пробы в хроматограф шприц три раза промывают приготовленной смесью.

Каждую градуировочную смесь хроматографируют не менее трех раз в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 при условиях хроматографирования, указанных в 7.6.3.1. Порядок выхода компонентов приведен на рисунке 1.

Градуировочный коэффициент K'_i каждого определения вычисляют по формуле

$$K'_i = \frac{m_i \cdot S_{\text{эт}}}{m_{\text{эт}} \cdot S_i}, \quad (1)$$

где m_i — масса определяемого компонента в градуировочной смеси, г;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

$m_{\text{эт}}$ — масса «внутреннего эталона» в градуировочной смеси, г;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм².

Площадь пика определяют по 7.6.4.1.

Результат каждого определения вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

За градуировочный коэффициент определяемого компонента (K_i) принимают среднеарифметическое значение результатов всех определений, относительные расхождения между которыми не превышают допустимое расхождение, равное 20 % среднего значения, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

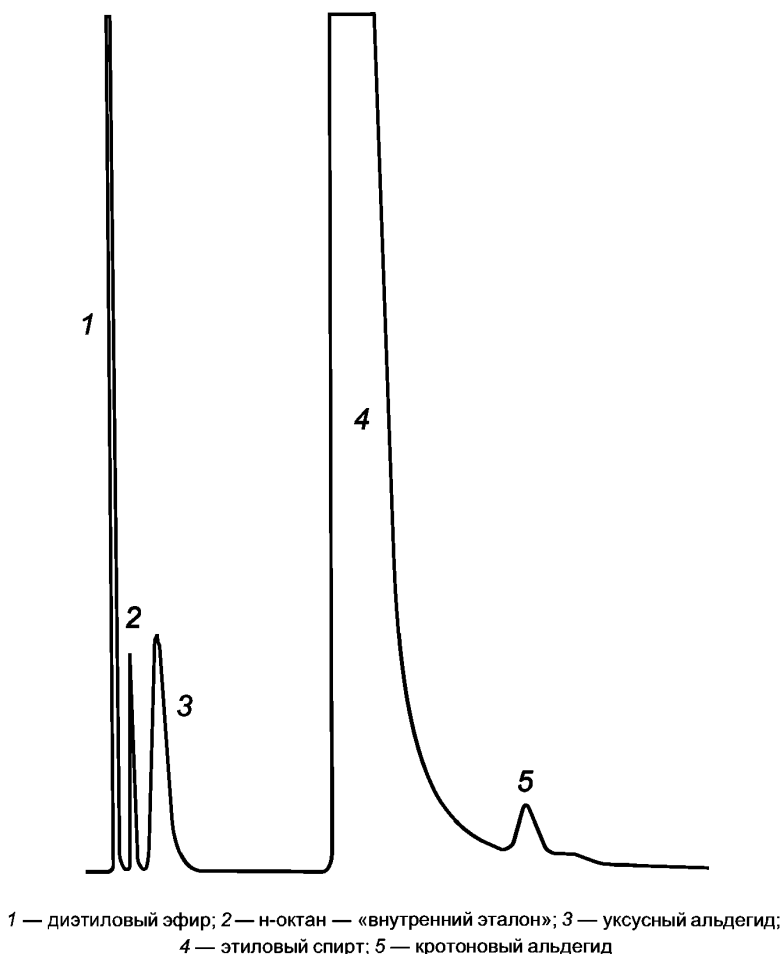


Рисунок 1 — Типовая хроматограмма градуировочной смеси

Градуировку хроматографа следует проводить не реже чем через 400 анализов.

7.6.3.3 Проведение анализа

В склянку для приготовления смесей, предварительно взвешенную, наливают 25—30 см³ анализируемого спирта, закрывают пробкой и взвешивают. Через мембрану добавляют шприцем около 0,08 г н-октана и снова взвешивают, после этого пробу тщательно перемешивают.

Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Микрошприцем, предварительно промытым 3—4 раза анализируемой пробой, отбирают 1—2 мм³ анализируемой пробы, вводят ее в испаритель хроматографа и записывают хроматограмму при режимных параметрах хроматографирования, указанных в 7.6.3.1.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1.

7.6.4 Обработка результатов

7.6.4.1 Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты, или используют специализированные программы обсчета хроматограмм на компьютере или интеграторе.

Высоту пика измеряют линейкой от основания до вершины, включая ширину линии.

Ширину пика измеряют от внешнего контура одной стороны до внутреннего контура другой стороны с помощью измерительной лупы или измерительного микроскопа.

Результаты измерения записывают с точностью до 0,5 мм для высоты пика и с точностью до 0,1 мм для ширины пика.

Обработку результатов измерений допускается выполнять, используя программное обеспечение входящего в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора, в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

7.6.4.2 Массовую долю каждого определяемого компонента x_i , %, вычисляют по формуле

$$x_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{\text{эт}} \cdot 100}{S_{\text{эт}} \cdot m}, \quad (2)$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемого компонента;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм²;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

m — масса пробы, взятой для анализа, г;

$m_{\text{эт}}$ — масса «внутреннего эталона», г.

Объемную долю каждого определяемого компонента x_i^1 , %, вычисляют по формуле

$$x_i^1 = \frac{x_i \cdot \rho}{\rho_i}, \quad (3)$$

где x_i — массовая доля определяемого компонента, %;

ρ — плотность анализируемого спирта, г/см³;

ρ_i — плотность определяемого компонента, г/см³.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений объемной доли каждого компонента, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2(x_1^1 - x_2^1)100}{(x_1^1 + x_2^1)} \leq r_x, \quad (4)$$

где 2 — количество параллельных определений;

x_1^1, x_2^1 — результаты параллельных определений, % об.;

100 — множитель для пересчета в проценты;

r_x — значение предела повторяемости определяемого компонента, %.

Значения r_x приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2

Наименование компонента и диапазон измерений, % об.	Предел повторяемости (для двух параллельных определений) r_x , % отн. ($P = 0,95$)	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R , % ($P = 0,95$)	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, % ($P = 0,95$)
Уксусный альдегид от 0,1 до 1,0 включ.	15	22	15
Кротоновый альдегид от 0,1 до 0,5 включ.	15	22	15
Диэтиловый эфир от 0,1 до 2,5 включ.	15	22	15

Если условие (4) не выполняется, то выясняют причины превышения значения норматива контроля, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями 7.6.3.3.

7.6.4.3 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где $x_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение n измерений объемной доли определяемых компонентов, признанных приемлемыми, %;

$\pm \delta$ — показатель точности (границы относительной погрешности), %.

Значения $\pm \delta$ приведены в таблице 2.

7.6.5 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности измерений в лаборатории осуществляют, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (6.2.3) с применением контрольных карт Шухарта (пример определения их приведен в ГОСТ Р 51698, приложение В). При неудовлетворительных результатах контроля: например, при превышении предела действия, а также регулярном превышении предела предупреждения выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть установлены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 и ГОСТ Р 8.563.

7.6.5.1 Контроль качества результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Контроль проводят с использованием рабочих проб. Контроль показателя промежуточной прецизионности проводят дважды, анализируя пробу для контроля (рабочую пробу) в соответствии с 7.6.3 в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время», «оператор» (x_{cp1} , x_{cp2}).

Промежуточную прецизионность признают удовлетворительной, если выполняется условие

$$\frac{2|x_{cp1} - x_{cp2}| 100}{(x_{cp1} + x_{cp2})} \leq 0,84R, \quad (5)$$

где 2 — количество параллельных определений;

x_{cp1} , x_{cp2} — среднеарифметические значения результатов двух определений объемной доли компонента в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время», «оператор», %;

100 — множитель для пересчета в проценты;

0,84 — коэффициент пересчета предела воспроизводимости и промежуточной прецизионности определяемого компонента в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время», «оператор»;

R — предел воспроизводимости (для двух результатов анализа).

Значения R приведены в таблице 2.

Если условие (5) не выполняется, процедуру повторяют. При повторном превышении норматива контроля выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.6.6 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лаборатории и инспекционного контроля).

Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы, направленный в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят пробу для анализа по 7.6.3.

Предел воспроизводимости признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$\frac{2|x_{cpl} - x_{cplI}| 100}{(x_{cpl} + x_{cplI})} \leq R, \quad (6)$$

где 2 — количество параллельных определений;

x_{cpl} , x_{cplI} — результаты определений, полученных в разных лабораториях, % об.;

100 — множитель для пересчета в проценты;

R — значение предела воспроизводимости для двух результатов анализа, полученных в разных лабораториях.

Значения R приведены в таблице 2.

7.7 Определение массовой концентрации сухого остатка — по ГОСТ 10749.9.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Спирт транспортируют железнодорожным транспортом в соответствии с правилами перевозок железнодорожным транспортом грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума [5]; автомобильным транспортом — в соответствии с правилами перевозки опасных грузов автомобильным транспортом [6].

Транспортное наименование спирта этилового синтетического технического и денатурированного по настоящему стандарту — спирт этиловый технический.

8.2 Спирт в транспортной таре перевозят в крытых транспортных средствах, по железной дороге — повагонными или мелкими отправками в соответствии с правилами перевозок опасных грузов [7] и техническими условиями размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах [8], действующими на железнодорожном транспорте.

8.3 Спирт, упакованный в транспортную тару вместимостью не более 100 дм³ включительно, транспортируют в пакетированном виде. Пакетирование — по ГОСТ 26663.

8.4 Хранят спирт в соответствии с правилами хранения спирта (легковоспламеняющихся жидкостей) в специально оборудованных и предназначенных для него резервуарах или на складе грузоотправителя или грузополучателя в упаковке изготовителя.

9 Гарантии изготовителя

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

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

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—14
- [3] Р 2.2.2006—2005 Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда
- [4] ГН 2.1.6.1338—03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
- [5] Правила перевозок железнодорожным транспортом грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума. Утверждены Приказом МПС России от 18.06.2003 г. № 25
- [6] Правила перевозок опасных грузов автомобильным транспортом. Утверждены Приказом Минтранса РФ 08.08.1995 г. № 73, изменение № 77 от 14.10.1999 г.
- [7] Правила перевозок опасных грузов по железной дороге. — М.: Транспорт, 1996
- [8] Технические условия размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах. — М.: Юртранс, 2003

УДК 661.722:006.354

ОКС 71.080.60

Л25

ОКП 24 2121

Ключевые слова: спирт этиловый синтетический технический, спирт этиловый синтетический технический денатурированный, назначение, маркировка, упаковка, требования безопасности, легковоспламеняющаяся жидкость, охрана окружающей среды, правила приемки, методы анализа, газохроматографический метод, транспортирование и хранение, гарантии изготовителя

Редактор *Л.В. Коретникова*
 Технический редактор *Л.А. Гусева*
 Корректор *Р.А. Менцова*
 Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.10.2006. Подписано в печать 08.11.2006. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
 Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 670 экз. Зак. 785. С 3348.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

Изменение № 1 ГОСТ Р 52574—2006 Спирт этиловый синтетический технический и денатурированный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22.03.2011 № 34-ст

Дата введения 2011—07—01

Содержание. Исключить слово: «Библиография»; дополнить словами: «Приложение А (обязательное)»; «Приложение Б (справочное) Библиография».

Раздел 1. Первый абзац. Исключить слова: «(далее — спирт)»; дополнить абзацем (после первого):

«Спирт этиловый синтетический технический получают гидратацией этилена в присутствии катализатора»;

второй абзац после слов «кротоновый альдегид» дополнить словами: «или денатониум бензоат (битрекс)»; дополнить абзацем:

«Поставка и оборот спирта, предназначенного на экспорт, на территории Российской Федерации не допускается».

Раздел 2 дополнить ссылками:

«ГОСТ Р 52826—2007 Спирт этиловый. Спектрофотометрический метод определения содержания денатурирующих добавок (битрекса, керосина, бензина)

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

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 31340—2007 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования»;

заменить ссылки: ГОСТ Р 8.563—96 на ГОСТ Р 8.563—2009, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 на ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006;

исключить ссылку: ГОСТ 24104—2001 и наименование.

Пункт 3.1 дополнить подпунктом 3.1.1:

«3.1.1 Спирт этиловый синтетический технический денатурированный вырабатывают двух марок А и Б:

А — спирт этиловый синтетический технический денатурированный, получаемый денатурацией спирта этилового синтетического технического кротоновым альдегидом или битрексом;

Б — спирт этиловый синтетический технический денатурированный, получаемый денатурацией спирта этилового синтетического технического абсолютированного кротоновым альдегидом или битрексом».

Пункт 3.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма			Метод анализа
	Спирт этило- вый синтети- ческий техни- ческий ОКП 24 2121	Спирт этиловый синтетический тех- нический денату- рированный ОКП 24 2105		
		Марка А	Марка Б	
1 Внешний вид	Бесцветная прозрачная жид- кость без механических при- месей			По 7.3
2 Объемная доля этилово- го спирта, %, не менее	92,5	92,5	99,0	По 7.4
3 Массовая концентрация кислот в пересчете на ук- сусную кислоту, мг/дм ³ , не более	7			По ГОСТ 10749.5
4 Объемная доля уксусно- го альдегида, %, не более	0,7			По 7.6
5 Объемная доля кротоно- вого альдегида, %	Не более 0,15	Не менее 0,2		По 7.6
6 Объемная доля диэтило- вого эфира, %, не более	1,0			По 7.6
7 Массовая концентрация сухого остатка, мг/дм ³ , не более	5			По ГОСТ 10749.9
8 Массовая доля битрекса, %, не менее	—	0,0015		По 7.8 и 7.9

Пункт 3.2 дополнить подпунктами — 3.2.1—3.2.3:

«3.2.1 При денатурации технического синтетического этилового спирта битрексом объемная доля кротонового альдегида должна быть не более 0,2 %.

3.2.2 При производстве технического синтетического этилового спирта, поставляемого на экспорт, допускается добавлять ацетон не более 5,0 % и/или спирт бутиловый третичный не более 1,0 % и/или изопропиловый спирт не более 7,0 % в соответствии со спецификацией к договору. При наличии в техническом синтетическом этиловом спирте ацетона и/или спирта бутилового третичного и/или спирта изопропилового допускается снижение нормы по показателю 2 до 85,0 %.

3.2.3 При производстве технического синтетического этилового денатурированного спирта марок А и Б, поставляемого на экспорт, допускается добавлять ацетон не более 5,0 %, а при производстве спирта марки Б — изопропиловый спирт не более 7,0 % в соответствии со спецификацией к договору. При наличии в спирте марок А и Б ацетона допускается снижение нормы по показателю 2 до 88,0 %, а при наличии в спирте марки Б спирта изопропилового — снижение нормы по показателю 2 до 92,0 %».

Подпункт 3.3.1 дополнить абзацем (перед последним):

«- предупредительная маркировка — по ГОСТ 31340 (см. приложение А)».

Пункт 4.1 дополнить абзацами:

«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/м³ по [9]. Битрекс раздражает кожу, вызывает ожог глаз и раневых поверхностей, у человека при вдыхании или проглатывании вызывает рвотный рефлекс и чувство сильной горечи».

Пункт 4.6 дополнить абзацем:

«Битрекс взрывобезопасен, не горюч, но поддерживает горение».

Пункт 7.4 дополнить абзацами:

«При добавлении к техническому синтетическому этиловому спирту одного (или нескольких) компонентов (ацетона или спирта бутилового третичного, или спирта изопропилового) или при добавлении к денатурированному техническому синтетическому этиловому спирту ацетона, изопропилового спирта по отдельности объемную долю этилового спирта X_c , %, определяют по разности, вычитая из 100 % сумму объемных долей нормируемых примесей и добавляемых компонентов, а также объемную долю воды по формуле

$$X_c = 100 - \sum X_{п+к} - X_B, \quad (1a)$$

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

X_v — объемная доля воды в анализируемом продукте, вычисляемая по формуле, %

$$X_v = X'_v \cdot \rho, \quad (16)$$

где X'_v — массовая доля воды, определяемая по ГОСТ 14870, раздел 2, %;

ρ — плотность анализируемого продукта, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см³.

Определение ацетона, спирта бутилового третичного, спирта изопропилового проводят по [10], [11]».

Подпункт 7.6.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

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

Раздел 7 дополнить пунктами и подпунктами — 7.8, 7.8.1—7.8.7.4, 7.9:

«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 см³ и переходником. Каталожный номер 7.5 А 153 (каталог фирмы ЗАО «БиоХимМак СТ» (г. Москва).

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ОП-3, ос.ч. [12].

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 AppliChem (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 см³ 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 см³, предварительно ополоснув его отобранной пробой, пипеткой вместимостью 1 см³ вносят 1 см³ образца.

7.8.2.4 Приготовление подвижной фазы (элюента)

Фосфатный буферный раствор молярной концентрацией $c(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ готовят следующим образом: растворяют 13,8 г натрия фосфорнокислого однозамещенного 2-водного в 900 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор тщательно перемешивают и доводят до метки водой. Затем 100 см³ полученного буферного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют воду до метки, одновременно добавляя раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³ до pH = 3.

Полученный буферный раствор молярной концентрации 0,01 моль/дм³ с pH = 3 смешивают с ацетонитрилом в соотношении 40:60 (соответственно), затем добавляют из расчета на 1 дм³ 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 °C — 22 °C.

Точно взвешенного в стаканчике 100 мг битрекса помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, куда предварительно вносят 50 см³ 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 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этиловым спиртом (раствор Б). Полученный раствор Б, содержащий 100 мг/дм³ 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/дм³ битрекса в подвижной фазе.

а) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 50 мг/дм³

5,0 см³ раствора Б помещают с помощью пипетки вместимостью 5 см³ в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят до метки раствором подвижной фазы (элюента).

б) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм³

1,0 см³ раствора Б помещают с помощью пипетки вместимостью 1 см³ в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят до метки раствором подвижной фазы.

в) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм³

1,0 см³ раствора Б помещают с помощью пипетки вместимостью 1 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки раствором подвижной фазы.

г) Приготовление градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,5 мг/дм³

0,5 см³ раствора Б помещают с помощью микропипетки вместимостью 0,5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки раствором подвижной фазы.

Все полученные растворы после фильтрования помещают в стеклянные флаконы вместимостью 5 см³ с закручивающимися 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 характерис-

тики (ГХ), отражающие зависимость среднего значения площади пика от массовой концентрации битрекса в градуировочном растворе.

Градуировочный коэффициент K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{C_i}{\bar{S}_i}, \quad (7)$$

где C_i — массовая концентрация битрекса в градуировочном растворе, мг/дм³;

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

За градуировочный коэффициент для определяемого компонента $\bar{K}$ 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.

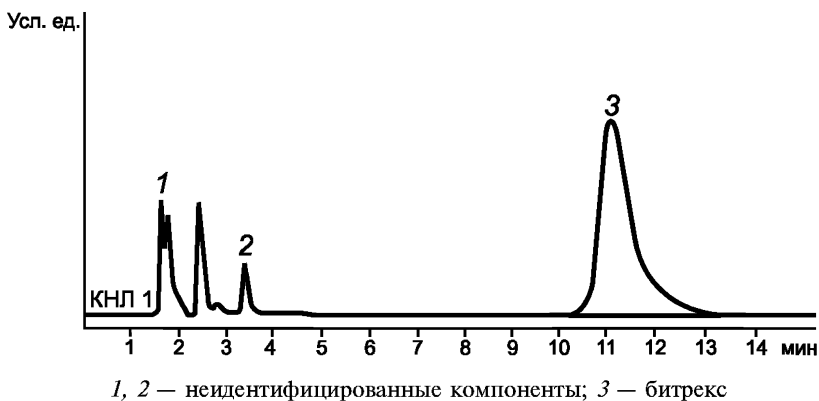


Рисунок 2 — Типовая хроматограмма градуировочного раствора

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_3 , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_3 = \bar{K} \cdot S, \quad (8)$$

где $\bar{K}$ — 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_4 , %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{X_3}{\rho \cdot 10000}, \quad (9)$$

где X_3 — массовая концентрация битрекса в растворе, мг/дм³;

ρ — плотность раствора, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см³;
10000 — коэффициент пересчета.

7.8.5 Характеристика погрешности измерений

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

$$U = 0,25 \cdot \bar{C}, \quad (10)$$

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

7.8.6 Оформление результатов измерений

Результаты анализа при записи в документах представляют в следующем виде:

$$(\bar{C} \pm U)\%, k = 2, \quad (11)$$

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.

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

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

$$\frac{S_{\max} - S_{\min}}{\bar{S}} \cdot 100 \leq 10, \quad (12)$$

где $S_{\max}$ — максимальная площадь хроматографического пика, усл. ед.;
 $S_{\min}$ — минимальная площадь хроматографического пика, усл. ед.;
 $\bar{S}$ — 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:

$$\frac{C_{\max} - C_{\min}}{\bar{C}} \cdot 100 \leq 10, \quad (13)$$

где $C_{\max}$ — максимальное значение массовой доли битрекса, %;
 $C_{\min}$ — минимальное значение массовой доли битрекса, %;
 $\bar{C}$ — 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.

Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{K_{i_{\max}} - K_{i_{\min}}}{\bar{K}} \cdot 100 \leq 15, \quad (14)$$

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:

$$\frac{|K^* - \bar{K}|}{\bar{K}} \cdot 100 \leq 17, \quad (15)$$

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 Р 52826 или по [13].

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

Стандарт дополнить приложением — А:

«Приложение А (обязательное)

Предупредительная маркировка

Содержание предупредительной маркировки:

- наименование продукции: Спирт этиловый технический синтетический 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 17269 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».

Элемент «Библиография» изложить в новой редакции:

«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—14 |
| [3] Р 2.2.2006—2005 | Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда |
| [4] ГН 2.1.6.1338—03 | Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест |
| [5] | Правила перевозок железнодорожным транспортом грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума. Утверждены приказом МПС России № 25 от 18.06.2003 |
| [6] | Правила перевозок опасных грузов автомобильным транспортом. Утверждены приказом Минтранса РФ № 73 от 08.08.1995, изменение № 77 от 14.10.1999 |
| [7] | Правила перевозок опасных грузов по железной дороге. — М.: Транспорт, 1996 |
| [8] | Технические условия размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах. — М.: Юртранс, 2003 |
| [9] ГН 2.2.5.2240—07 | Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны |

- [10] СТО 55871762-003—2010 Стандарт организации. Спирт этиловый синтетический технический и денатурированный. Газохроматографический метод определения содержания ацетона и спирта бутилового третичного
- [11] СТО 55871762-004—2010 Стандарт организации. Спирт этиловый синтетический технический и денатурированный. Газохроматографический метод определения содержания изопропилового спирта
- [12] ТУ 6-09-14-2167—84 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ОП-3 ос.ч.
- [13] 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».

Библиографические данные. Ключевые слова после слов «спирт этиловый синтетический технический денатурированный» дополнить словами: «денатониум бензоат (битрекс)».

(ИУС № 6 2011 г.)