
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

© Стандартинформ, 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

II

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

Издание официальное

1

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим 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 изготовляют 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.

Таблица 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 содержащая механических примесей				По 7.3
2 Объемная доля этилового 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 кроtonового альдегида, %	Не более 0,2		Не менее 0,2		
6 Объемная доля диэтилового эфира, %, не более	1	2	1	2	
7 Массовая концентрация сухого остатка, мг/дм ³ , не более	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 P02 «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 — T2 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 24104 среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

Шприц медицинский вместимостью 1 см³ по ГОСТ 22967.

Секундомер механический.

Лула 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: динохром Н, хроматон N 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.

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

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

Спирт этиловый технический ректифицированный 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 *n*-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 *n*-октан, диэтиловый эфир и уксусный альдегид.

Масса навески кротонового альдегида должна быть около 0,05 г; *n*-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

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

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

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

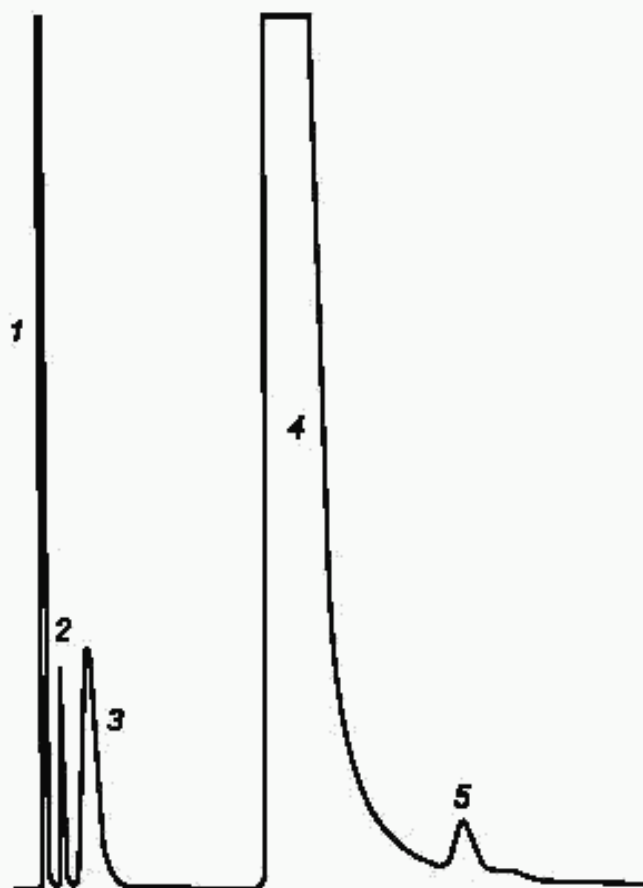
$m_{эт}$ — масса «внутреннего эталона» в градуировочной смеси, г;

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 $P = 0,95$.



1 — диэтиловый эфир; 2 — н-октан — «внутренний эталон»; 3 — уксусный альдегид;
4 — этиловый спирт; 5 — кротоновый альдегид

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.

Микршприцем, 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

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

где K_i — градуировочный коэффициент определяемого компонента;

S_j — 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 l 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

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

где 2 — количество параллельных определений;

x_{cpI} , x_{cpII} — 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_2 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 от 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. Каретникова*
 Технический редактор *Л.А. Гусева*
 Корректор *Р.А. Ментова*
 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», 105082 Москва, Лялин пер., 6.