
71 ХИМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

ОКС 71.080.60

Группа Л25

Изменение № 1 ГОСТ Р 51999—2002 Спирт этиловый синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия

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

Дата введения 2011—07—01

Содержание. Заменить слова: «Приложение А Библиография» на «Приложение А (обязательное)»; дополнить словами: «Приложение Б (справочное) Библиография».

Наименование стандарта изложить в новой редакции:

«Спирт этиловый технический синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия

Technical rectified and denatured synthetic ethyl alcohol. Specifications.

Раздел 1. Первый абзац после слова «синтетический» дополнить словом: «технический»;

третий абзац. Заменить значение: «1987 г.» на «2007 г.»;

последний абзац исключить.

Раздел 2 дополнить ссылками:

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

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

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение Изменения № 1 к ГОСТ Р 51999—2002)

ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

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

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

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

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

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

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

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

ссылки на ГОСТ 5964—93, ГОСТ 24104—2001 и их наименования исключить.

Пункт 3.2. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

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

(Продолжение см. с. 53)

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

Подпункт 3.2.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма				Метод анализа
	Марка А ОКП 24 2102		Марка Б ОКП 24 2105		
	Высший сорт	1-й сорт	Высший сорт	1-й сорт	
1 Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость без механических примесей				По 7.3
2 Запах	Характерный запах ректифицированного спирта без запаха посторонних веществ				По 7.3
3 Объемная доля этилового спирта, %, не менее	96,2	96,0	96,2	96,0	По ГОСТ 3639, раздел 2
4 Окисляемость при температуре 20 °С, мин, не менее	15	15	15	15	По ГОСТ Р 52473, 6.6
5 Массовая концентрация кислот в пересчете на уксусную кислоту в безводном спирте, мг/дм ³ , не более	8	15	8	15	По ГОСТ Р 52473, 6.9
6 Массовая концентрация уксусного альдегида в пересчете на безводный спирт, мг/дм ³ , не более	4	8	4	8	По 7.7

(Продолжение см. с. 54)

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма				Метод анализа
	Марка А ОКП 24 2102		Марка Б ОКП 24 2105		
	Высший сорт	1-й сорт	Высший сорт	1-й сорт	
7 Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты в пересчете на безводный спирт, мг/дм ³ , не более	5	12	5	12	По 7.7
8 Массовая концентрация спиртов С ₃ +С ₄ (пропанол-1, пропанол-2, бутанол-1, бутанол-2, изобутанол) в пересчете на безводный спирт, мг/дм ³ , не более	8	10	8	10	По 7.7
9 Массовая концентрация кротонового альдегида, мг/дм ³	Отсутствие				По 7.7
10 Объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, не более	0,005	0,01	0,005	0,01	По 7.7
11 Массовая доля денатониума бензоата (битрекса), %, не менее	—	—	0,0015	0,0015	По 7.8 и 7.9
Примечание — Для производства парфюмерно-косметических изделий предназначен спирт марок А и Б высшего сорта.					

Подпункт 3.3.1 дополнить абзацем (перед последним):

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

Пункт 4.1. Второй абзац. Заменить значение: 1000 мг/м³ на 2000/1000 мг/м³.

(Продолжение см. с. 55)

Пункт 4.5 изложить в новой редакции:

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

Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) паров битрекса в воздухе рабочей зоны — 0,01 мг/м³ [17]. Битрекс раздражает кожу, вызывает ожог глаз и раневых поверхностей, у человека при вдыхании или проглатывании вызывает рвотный рефлекс и чувство сильной горечи».

Пункт 4.7. Последний абзац изложить в новой редакции:

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

Пункт 4.10. Первый абзац изложить в новой редакции:

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

Пункт 4.11. Второй абзац дополнить словами: «группа взрывоопасных смесей — Т2 по ГОСТ Р 51330.5».

Пункт 7.1 изложить в новой редакции:

«7.1 Отбор проб — по ГОСТ 2517».

Пункт 7.3 изложить в новой редакции; дополнить подпунктами — 7.3.1, 7.3.1.1—7.3.2.2:

«7.3 Определение внешнего вида и запаха

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

7.3.1 Определение цвета и прозрачности

Метод основан на визуальном сравнении анализируемого спирта и дистиллированной воды.

7.3.1.1 Аппаратура, материалы, реактивы, посуда

Штатив для пробирок.

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

7.3.1.2 Проведение анализа

В две одинаковые по размеру пробирки наливают по 10 см³: в одну — анализируемый спирт, в другую — дистиллированную воду.

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

(Продолжение см. с. 56)

7.3.2 Определение запаха

Метод основан на органолептической оценке запаха анализируемого спирта.

7.3.2.1 Аппаратура, материалы, реактивы, посуда

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

Цилиндры 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Бокалы дегустационные.

Склянка с пришлифованной пробкой.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.2.2 Проведение анализа

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

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

Пункт 7.5. Заменить ссылки: «по ГОСТ 5964, 5.6.2» на «по ГОСТ Р 52473, 6.6».

Пункт 7.6. Заменить ссылки: «по ГОСТ 5964, 5.9» на «по ГОСТ Р 52473, 6.9».

Пункт 7.7. Наименование. Исключить слова: «**и массовой доли диэтилфталата**».

Подпункт 7.7.1. Седьмой абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия, обеспечивающие для навесок массой от 0,05 до 200 г относительную погрешность измерения не более $\pm 1\%$ »;

двадцать первый абзац исключить.

Подпункт 7.7.2.2. Первый абзац. Исключить слова: «Третий — диэтилфталат (раствор С)»;

второй абзац исключить;

третий абзац. Исключить слова: «и массовой доли диэтилфталата в рабочих и градуировочных растворах».

Подпункт 7.7.2.2.1. Перечисление в) исключить.

Подпункт 7.7.2.2.2. Перечисление в) исключить;

перечисление г). Первый абзац. Исключить слова: «и 15,0 см³ рабочего раствора С»; последний абзац исключить;

перечисление д). Первый абзац. Исключить слова: «и 6,0 см³ рабочего раствора С»; последний абзац исключить.

(Продолжение см. с. 57)

Подпункт 7.7.2.4.1. Рисунок 1. Хроматограмма. Исключить обозначение и пик: 11; подрисовочная подпись. Исключить слова: «11-диэтилфталат»;

формула (6). Экспликация. Исключить слова: «или массовая доля диэтилфталата, %»;

формулы (7), (8). Экспликация. Исключить слова: «или массовая доля диэтилфталата, %».

Подпункт 7.7.2.4.2. Формула (9). Экспликация. Исключить слова: «или массовая доля диэтилфталата, %»;

формулы (10), (11). Экспликация. Исключить слова: «или массовая доля диэтилфталата, %».

Подпункт 7.7.2.6.1. Второй абзац. Исключить слова: «или массовую долю диэтилфталата $A_{ДЭФ}$, %»;

формула (12). Экспликация. Исключить слова: «или площадь пика диэтилфталата»;

формулу (13) исключить.

Подпункт 7.7.2.6.2. Третий абзац исключить;

седьмой абзац и формулу (17) изложить в новой редакции:

«Массовую концентрацию каждого определяемого вещества X_1 , мг/дм³, объемную долю метилового спирта X_3 , %, вычисляют по формуле

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

формула (17). Экспликация. Исключить слова: «массовой доли, %»;

таблица 2. Наименование «Диэтилфталат» и соответствующие значения исключить.

Подпункт 7.7.2.7.1. Формула (18). Экспликация. Исключить слова: «или массовой доли диэтилфталата, %», «массовая доля диэтилфталата, %».

Подпункт 7.7.2.7.2. Формула (19). Экспликация. Исключить слова: «или массовая доля диэтилфталата, %», «или массовой доли диэтилфталата, %».

Подпункт 7.7.2.7.3. Формула (20). Экспликация. Исключить слова: «или массовой доли диэтилфталата, %» (2 раза);

формула (21). Экспликация. Исключить слова: «или массовой доли диэтилфталата, %» (2 раза);

таблица 3. Наименование «Диэтилфталат» и соответствующие значения исключить.

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

(Продолжение см. с. 58)

«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. [18].

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.

(Продолжение см. с. 59)

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

Стеклоянную 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, добавляя 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 (соответст-

(Продолжение см. с. 60)

венно), 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 °С — 22 °С.

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.

(Продолжение см. с. 61)

Все полученные растворы после фильтрования помещают в стеклянные флаконы вместимостью 5 см³ с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками и хранят в холодильнике. Срок хранения — 6 месяцев.

7.8.2.6 Условия хроматографического анализа:

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

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

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

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

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

7.8.2.7 Градуировка хроматографа

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

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

Градуировочный коэффициент K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{C_i}{S_i}, \quad (22)$$

(Продолжение см. с. 62)

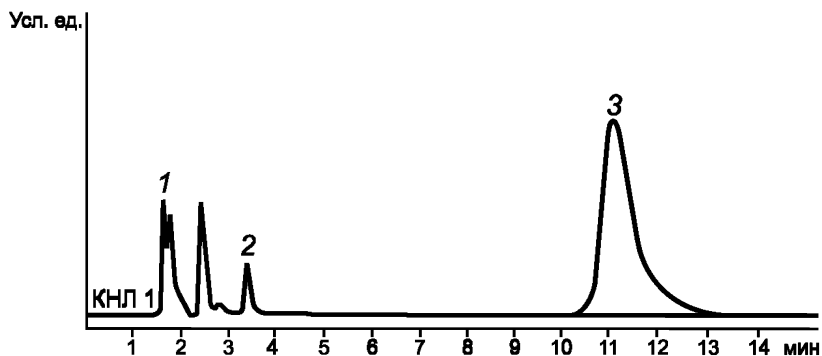
где C_i — массовая концентрация битрекса в градуировочном растворе, мг/дм³;

\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.



1, 2 — неидентифицированные компоненты; 3 — битрекс

Рисунок 2 — Типовая хроматограмма градуировочного раствора

7.8.3 Проведение анализа

Количественный анализ пробы выполняют в условиях, приведенных в 7.8.2.6.

Определяемое вещество идентифицируют по времени удерживания в соответствии с градуировкой.

Проводят два параллельных определения массовой концентрации битрекса.

7.8.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию битрекса в анализируемом продукте X_4 , мг/дм³, вычисляют по формуле

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

(Продолжение см. с. 63)

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_5 , %, вычисляют по формуле

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

где X_4 — 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

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

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:

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

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

7.8.7 Контроль точности результатов измерений

7.8.7.1 Проверка приемлемости выходных сигналов хроматографа

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

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

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

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

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:

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

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:

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

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

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

\bar{K} — среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента.

7.8.7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

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

(Продолжение см. с. 65)

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

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

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

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

7.9 Допускается определение массовой доли битрекса по ГОСТ Р 52826 или по [19].

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

Приложение А изложить в новой редакции:

«Приложение А (обязательное)

Предупредительная маркировка

Содержание предупредительной маркировки:

- наименование продукции: Спирт этиловый технический синтетический ректифицированный 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;

(Продолжение см. с. 66)

- 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».

Стандарт дополнить приложением — Б:

«Приложение Б (справочное)

Библиография

- [1] ГН 2.2.5.1313—03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
- [2] МУ № 4470—87 Газохроматографическое измерение концентраций алифатических спиртов C_1 — C_8 в воздухе рабочей зоны. М.:1988, выпуск XXII, с. 6
- [3] Р 2.2.755—99 (приложение 9) Гигиенические критерии оценки и классификации условий труда по вредности и опасности факторов производственной среды
- [4] ГН 2.1.6.1338—03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
- [5] ТУ 25-2021.003—88 Термометры ртутные стеклянные лабораторные
- [6] ТУ 51-940—80 Гелий газообразный
- [7] ТУ 38.402-62-148—94 Альдегид уксусный технический
- [8] ТУ 6-09-667—76 Эфир этиловый уксусной кислоты
- [9] ТУ 6-09-783—76 Пропиловый спирт для хроматографии (пропанол-1) х.ч.
- [10] ТУ 6-09-4522—77 Изопропиловый спирт (пропанол-2) для хроматографии х.ч.
- [11] ТУ 6-09-1708—77 Бутиловый спирт для хроматографии (бутанол-1) х.ч.
- [12] ТУ 6-09-664—76 Втор-бутиловый спирт для хроматографии (бутанол-2; метилэтилкарбинол) х.ч.

(Продолжение см. с. 67)

(Продолжение Изменения № 1 к ГОСТ Р 51999—2002)

- [13] ТУ 6-09-4354—77 Изо-бутиловый спирт (изобутанол, 2-метилпропанол-1) для хроматографии х.ч.
- [14] ТУ 6-09-1709—77 Метанол-яд (метиловый спирт) х.ч.
- [16] ГСО 7869—2000 Государственный стандартный образец: состав синтетического этилового спирта
- [17] ГН 2.2.5.2240—07 Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
- [18] ТУ 6-09-14-2167—84 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ОП-3 ос.ч.

(Продолжение см. с. 68)

- [19] 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» дополнить словом: «технический» (2 раза); после слова «денатурированный» дополнить словами: «денатониум бензоат (битрекс)».

(ИУС № 6 2011 г.)
