
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52826—
2007

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ

Спектрофотометрический метод определения
содержания денатурирующих добавок
(битрекса, керосина, бензина)

Издание официальное

БЗ 11—2007/394



Москва
Стандартинформ
2008

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 Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликеро-водочная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2007 г. № 453-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, 2008

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

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ

Спектрофотометрический метод определения содержания денатурирующих добавок
(битрекса, керосина, бензина)

Ethanol.

Spectrophotometric method for determination of denaturant additives (bitrex, kerosene, gasoline) content

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый ректификованный спирт, полученный из всех видов сырья, денатурированный битреksom, керосином или бензином, и устанавливает спектрофотометрические методы определения массовой доли битрекса и объемной доли керосина или бензина.

Диапазоны измерения составляют: массовой доли битрекса — от 0,00050 % до 0,00150 % включительно; объемной доли бензина (керосина) — от 0,0050 % до 0,1000 % включительно.

Допускается применять метод для определения более высокой объемной доли бензина (керосина) после разбавления анализируемой пробы исходным неденатурированным спиртом по 5.2.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

ГОСТ Р 51999—2002 Спирт этиловый синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия

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

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

Издание официальное

1

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 5964—93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81). Посуда мерная лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие 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 ежегодно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

3.1 Спектрофотометр с управлением от персонального компьютера, программа управления которым обеспечивает сохранение информации в текстовом формате в виде таблицы печати данных. Спектрофотометр должен обеспечивать измерение оптической плотности в диапазоне 0 — 5 при спектральной ширине щели 1 нм с интервалом 0,5 нм. Область сканирования не менее 190 — 400 нм.

3.2 Программное обеспечение для обработки результатов измерений и вычисления массовой доли битрекса или объемной доли бензина (керосина) в пробе.

3.3 Хлопчатобумажная ткань любого типа.

3.4 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652, ГОСТ Р 51999, ГОСТ 18300.

3.5 Образец бензина или керосина, использованного при денатурации анализируемого образца этилового спирта.

3.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.7 Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

3.8 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-5 и 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

4 Отбор проб и подготовка образцов

4.1 Отбор проб для анализа спирта — по ГОСТ Р 52473, ГОСТ 5964, ГОСТ 18300.

4.2 Готовят образец спирта. Для этого из одной бутылки спирта, направленной в лабораторию для проведения измерений, в кварцевую кювету толщиной 10 мм, предварительно дважды ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 5 см³ вносят от 3 до 5 см³ продукта.

4.3 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы, направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят образец спирта по 4.2.

4.4 Анализ образца спирта, денатурированного битреksom, проводят по 5.1.3.

4.5 Анализ образца спирта, денатурированного бензином или керосином, проводят по 5.2.3.

5 Методы анализа

5.1 Определение массовой доли битрекса (денатония бензоата)

5.1.1 Сущность метода

Метод основан на получении УФ-спектра поглощения анализируемого образца относительно неденатурированного этилового спирта по 3.4 и сопоставлении полученного спектра поглощения анализируемого образца $D_{ан}(\lambda)$ со спектром поглощения битрекса.

5.1.2 Подготовка к выполнению измерений

Подготовку спектрофотометра к работе выполняют в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Подготовка образца спирта — по 4.2.

Перед установкой в кюветное отделение спектрофотометра наружную поверхность кюветы с образцом спирта тщательно протирают чистой хлопчатобумажной тканью.

Измерение проводят при соблюдении следующих условий:

температура окружающей среды, °С	от 10 до 35;
относительная влажность воздуха, %	65 ± 15 ;
напряжение переменного тока, В	220^{+22}_{-33} ;
частота, Гц	50.

5.1.3 Выполнение измерений

Помещают в измерительный канал спектрофотометра кювету с анализируемым образцом этилового спирта.

Устанавливают:

- режим измерения — поглощение;
- спектральную ширину щели монохроматора — 1 нм;
- интервал измерения — 0,5 нм;
- скорость сканирования — медленную;
- диапазон сканирования — от 190 до 400 нм.

Измеряют суммарный спектр поглощения анализируемого образца спирта относительно воздуха.

Пробу денатурированного спирта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1.

5.1.4 Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений выполняют в соответствии с описанным ниже алгоритмом. При производстве вычислений используют либо универсальные пакеты программного обеспечения для обработки экспериментальных данных (MatLab, ORIGIN и т.п.), либо специализированную программу «methodic_01» из пакета программного обеспечения для анализа спиртов по спектрам поглощения «METHODICS», разработанного во ВНИИПБТ.

Алгоритм обработки результатов измерений:

а) Вычитают из суммарного спектра поглощения анализируемого образца спирта спектр поглощения неденатурированного этилового спирта и получают спектр поглощения битрекса неизвестной концентрации $D_{ан}(\lambda)$.

б) С целью идентификации наличия в пробе денатурирующей добавки битрекса сопоставляют спектры поглощения анализируемого образца и битрекса, приведенные к одному масштабу путем деления на площадь под кривой оптической плотности на выбранном для сравнения интервале длин волн:

$$D_{норм}^{ан}(\lambda) = \frac{D_{ан}(\lambda)}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} D_{ан}(\lambda) d\lambda} \quad \text{и} \quad D_{норм}^{битр}(\lambda) = \frac{D_{битр}(\lambda)}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} D_{битр}(\lambda) d\lambda} \quad (1)$$

Если модуль разности нормированных спектров $|D_{норм}^{ан}(\lambda) - D_{норм}^{битр}(\lambda)|$ меньше или равен 0,2 на выбранном для сравнения интервале длин волн, то кривые считают идентичными и, следовательно, в пробе содержится битрекс.

в) Массовую долю битрекса в образце C , %, вычисляют на основании закона Бугера—Ламберта—Бера по формуле

$$C = \frac{100M \cdot \int_{\lambda_{ниск. пред}}^{\lambda_{выс. пред}} D_{ан}(\lambda) d\lambda}{\rho \cdot l \cdot \int_{\lambda_{ниск. пред}}^{\lambda_{выс. пред}} \epsilon(\lambda) d\lambda} \quad (2)$$

где: M — молекулярная масса битрекса, г/моль;

ρ — плотность этилового спирта, г/дм³;

l — длина оптического пути, см;

$\epsilon(\lambda)$ — молярный коэффициент экстинкции битрекса, дм³/см · моль;

$D_{ан}(\lambda)$ — поглощение анализируемого образца.

Примечание — Для реализации алгоритма обработки результатов необходима дополнительная информация, представленная в виде цифровых таблиц: усредненный спектр поглощения неденатурированного этилового спирта; спектр поглощения при массовой доле битрекса в этиловом спирте 0,00150 %; спектральная зависимость молярного коэффициента экстинкции битрекса. Эта информация содержится в базе данных программы «methodic_01» в форме таблиц печати данных. Если при обработке используют универсальные пакеты программного обеспечения для обработки экспериментальных данных, то необходимо предварительно измерить спектры поглощения неденатурированного этилового спирта и раствора битрекса в этом спирте с известной молярной концентрацией. Процедура выполнения измерений и вычисления коэффициента молярной экстинкции описаны в монографиях и руководствах по электронной абсорбционной спектроскопии.

5.1.5 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2|C_1 - C_2|100}{(C_1 + C_2)} \leq r, \quad (3)$$

C_1, C_2 — результаты параллельных определений массовой доли битрекса, %;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли битрекса в этиловом спирте, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости, r , %, $P = 0,95$, $n = 2$
От 0,00050 до 0,00150 включ.	15	3	6	8
Св. 0,00150 до 0,00500 включ.	8	2	3	5,5
Св. 0,00500 до 0,01500 включ.	5	1	2	3

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 5.1.3.

5.1.6 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{C} \pm 0,01\delta \cdot \bar{C}, \text{ при } P = 0,95,$$

\bar{C} — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой доли битрекса, признанных приемлемыми, %;

$\pm \delta$ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 1).

В случае если содержание компонента ниже нижней или выше верхней границ диапазона измерений, гарантированных данной методикой (см. таблицу 1), результаты представляют в виде:

массовая доля битрекса: $C_{\text{битр}} < 0,00050$ % или $C_{\text{битр}} > 0,01500$ %.

5.1.7 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

5.1.7.1 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости при необходимости повторных испытаний каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

5.1.7.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$C_{\text{ср1}} - C_{\text{ср2}} \leq CD_{0,95}, \quad (4)$$

где: $C_{\text{ср1}}, C_{\text{ср2}}$ — средние значения массовой доли битрекса, полученные в первой и второй лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для массовой доли битрекса, %, при условии $n_1 = n_2 = 2$ (n_1, n_2 — число параллельных определений в первой и второй лабораториях), вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot C_{\text{ср1,2}} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{1}{2}} \quad (5)$$

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

σ_R — показатель воспроизводимости (см. таблицу 1);

σ_r — показатель повторяемости (см. таблицу 1);

0,01 — множитель для перехода от процентов к массовой доле;

$C_{\text{ср1,2}}$ — среднеарифметическое значение результатов определения массовой доли денатурирующей добавки, полученных в первой и второй лабораториях, %, вычисляемое по формуле

$$C_{\text{ср1,2}} = \frac{C_{\text{ср1}} + C_{\text{ср2}}}{2} \quad (6)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, приводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их общее среднее значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3). При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.4).

5.1.8 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) с применением контрольных карт Шухарта.

При этом вместо результатов, полученных с использованием стандартных образцов лаборатории, обрабатывают параллельные определения для получаемых по данной методике результатов анализа 20—30 образцов контролируемой продукции. Разности W , выражают в относительных процентах, как описано в ГОСТ Р 51698 (приложение В), а исходное значение стандартного отклонения повторяемости (σ_r) получают по методике, изложенной в этом приложении.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

5.2 Определение объемной доли бензина или керосина

5.2.1 Сущность метода

Метод основан на измерении УФ-спектров поглощения:

- исходного (неденатурированного) этилового спирта по 3.4;
- градуировочного раствора денатурированного спирта с объемной долей денатурирующей добавки (бензина или керосина) 0,05 %;
- пробы анализируемого денатурированного этилового спирта.

5.2.2 Подготовка к выполнению измерений

5.2.2.1 Приготовление раствора денатурированного спирта с объемной долей денатурирующей добавки 0,5 %

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 40 см³ этилового (неденатурированного) спирта и пипеткой 1,0 см³ вносят 0,5 см³ используемой денатурирующей добавки. Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки этиловым (неденатурированным) спиртом при температуре (20,0 ± 0,2) °С.

5.2.2.2 Приготовление градуировочного раствора денатурированного спирта с объемной долей денатурирующей добавки 0,05 %

Отбирают 10 см³ раствора с объемной долей денатурирующей добавки 0,5 % (см. 5.2.2.1), переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ и доводят до метки этиловым (неденатурированным) спиртом при температуре (20,0 ± 0,2) °С.

5.2.2.3 Подготовка образца спирта — по 4.2.

Перед установкой в кюветное отделение спектрофотометра наружную поверхность кюветы с образцом спирта тщательно протирают чистой хлопчатобумажной тканью.

Подготовку спектрофотометра к работе выполняют в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Измерение проводят при соблюдении следующих условий:

- температура окружающей среды, °С от 10 до 35;
- относительная влажность воздуха, % 65 ± 15;
- напряжение переменного тока, В (220⁺²²₋₃₃);
- частота, Гц 50.

5.2.3 Выполнение измерений

Устанавливают в измерительный канал спектрофотометра кювету с анализируемым образцом.

Устанавливают:

- режим измерения — поглощение;
- спектральную ширину щели монохроматора — 1 нм;
- интервал измерения — 0,5 нм;
- скорость сканирования — медленную;
- диапазон сканирования — от 250 до 300 нм.

Измеряют суммарные спектры поглощения исходного этилового (неденатурированного) спирта, градуировочного раствора денатурированного спирта с объемной долей денатурирующей добавки 0,05 % и пробы денатурированного спирта.

Пробу денатурированного спирта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1.

5.2.4 Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений выполняют в соответствии с описанным ниже алгоритмом. При производстве вычислений используют либо универсальные пакеты программного обеспечения для обработки экспериментальных данных (MatLab, ORIGIN и т.п.), либо специализированную программу «methodic_02» из пакета программного обеспечения для анализа спиртов по спектрам поглощения «METHODICS», разработанного во ВНИИПБТ.

Алгоритм обработки результатов измерений:

а) Вычитают из спектров поглощения пробы и градуировочного раствора спектр поглощения спирта и получают:

- $D_{пр}(\lambda)$ — разность спектров поглощения пробы денатурированного спирта и спирта;
- $D_{гр,0,05}(\lambda)$ — разность спектров поглощения градуировочного раствора с объемной долей денатурирующей добавки 0,05 % и спирта.

б) С целью идентификации наличия в пробе денатурирующей добавки спектры поглощения пробы и градуировочного раствора нормируются на интегральные значения оптической плотности в интервале волн от 250 до 300 нм. Полученные спектральные кривые сравнивают между собой. Если модуль разности нормированных спектров пробы и градуировочного раствора меньше или равен 0,2 во всем диапазоне от 250 до 300 нм, кривые считают идентичными и, следовательно, в пробе содержится та же денатурирующая добавка, что и в градуировочном растворе.

$$|K_{пр}(\lambda) - K_{гр,0,05}(\lambda)| \leq 0,2, \quad (7)$$

где $K(\lambda) = \frac{D(\lambda)}{\int_{250}^{300} D(\lambda) d\lambda}$ для пробы и градуировочного раствора соответственно.

в) В том случае, если в полученных спектрах амплитуда поглощения (оптическая плотность) $D < 3$, объемную долю денатурирующей добавки C , %, вычисляют по формуле

$$C = 0,05 \frac{\int_{250}^{300} D_{пр}(\lambda) d\lambda}{\int_{250}^{300} D_{гр,0,05}(\lambda) d\lambda}, \quad (8)$$

В случае, если в полученных спектрах амплитуда поглощения (оптическая плотность) $D > 3$, растворяют взятую из емкости пробу исходным этиловым спиртом в пять раз и вновь измеряют спектр поглощения. Если оптическая плотность разбавленного раствора не превышает трех единиц, то вычисляют объемную долю денатурирующей добавки C , %, по формуле

$$C = 5 \cdot 0,05 \frac{\int_{250}^{300} D_{пр}(\lambda) d\lambda}{\int_{250}^{300} D_{гр,0,05}(\lambda) d\lambda}, \quad (9)$$

где 5 — коэффициент разведения.

Если оптическая плотность разбавленного раствора $D > 3$, то вновь разводят пробу исходным этиловым спиртом (в 2, 3, 4 или 5 раз) до тех пор, пока условие корректного измерения оптической плотности

($D \leq 3$) не будет соблюдено. Затем измеряют спектр поглощения и вычисляют объемную долю денатурирующей добавки C , %, по формуле

$$C = K \cdot 0,05 \frac{\int_{290}^{300} D_{\text{пр}}(\lambda) d\lambda}{\int_{250}^{300} D_{\text{пр}0,05}(\lambda) d\lambda}, \quad (10)$$

где K — общий коэффициент разведения.

5.2.5 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2|C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \leq r, \quad (11)$$

C_1, C_2 — результаты параллельных определений объемной доли денатурирующей добавки, %;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 2), %.

Таблица 2

Наименование продукта	Диапазон измерений объемной доли бензина (керосина), %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Предел повторяемости r , %, $P = 0,95$, $n = 2$
Денатурированный этиловый спирт	От 0,0050 до 0,1000 включ.	6	1,5	3	4

Если условие (11) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 5.2.3.

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

$$\bar{C} \pm 0,01\delta \cdot \bar{C}, \text{ при } P = 0,95,$$

$\pm \delta$ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 2);

\bar{C} — среднеарифметическое значение двух результатов измерений объемной доли денатурирующей добавки, признанных приемлемыми, %, вычисляемое по формуле

$$\bar{C} = \bar{C}_{\text{изм}} K, \quad (12)$$

где $\bar{C}_{\text{изм}}$ — измеренное значение объемной доли денатурирующей добавки, %;

K — общий коэффициент разведения.

В случае если содержание компонента ниже границы диапазона измерений, гарантированных данной методикой (см. таблицу 2), результаты представляют в виде:

объемная доля бензина или керосина $< 0,0050$ %.

5.2.7 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

5.2.7.1 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости при необходимости повторных испытаний каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

5.2.7.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$C_{\text{ср}1} - C_{\text{ср}2} \leq CD_{0,95}, \quad (13)$$

где $C_{\text{ср}1}, C_{\text{ср}2}$ — средние значения объемной доли денатурирующей добавки, полученные в первой и второй лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для объемной доли денатурирующей добавки, %, при условии $n_1 = n_2 = 2$ (n_1, n_2 — число параллельных определений в первой и второй лабораториях), вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 C_{cp1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \frac{1}{2}}, \quad (14)$$

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

$C_{cp1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли денатурирующей добавки, полученных в первой и второй лабораториях, %, вычисляемое по формуле

$$C_{cp1,2} = \frac{C_{cp1} + C_{cp2}}{2}, \quad (15)$$

σ_R — показатель воспроизводимости (см. таблицу 2);

σ_r — показатель повторяемости (см. таблицу 2);

0,01 — множитель для перехода от процентов к объемной доле.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, приводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их общее среднее значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3). При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.4).

5.2.8 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) с применением контрольных карт Шухарта.

При этом вместо результатов, полученных с использованием стандартных образцов лаборатории, обрабатывают параллельные определения для получаемых по данной методике результатов анализа 20—30 образцов контролируемой продукции, а исходное значение стандартного отклонения повторяемости (σ_r) получают по методике, изложенной в ГОСТ Р 51698 (приложение В).

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (подраздел 4.2) и по ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

6 Требования безопасности

При проведении анализов следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и требования инструкций по эксплуатации приборов;
- требования пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие квалификацию не ниже техника, изучившие инструкцию по эксплуатации спектрофотометра, требования безопасности, прошедшие обучение и освоившие метод выполнения измерений.

УДК 663.5.543.06:006.354
661.722:543.06:006.354

ОКС 67.160.10
71.080.60

Н79
Л29

ОКСТУ 2401
9109
9209

Ключевые слова: спирт, полученный из всех видов сырья, битрекс, бензин, керосин, денатурирующие добавки, образец, проба, спектр поглощения, идентификация

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.03.2008. Подписано в печать 01.04.2008. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 513 экз. Зак. 294.

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.