

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
31811—  
2012

---

# СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ И СПИРТСОДЕРЖАЩАЯ ПРОДУКЦИЯ

Газохроматографический метод определения  
содержания кротонового альдегида  
(денатурирующей добавки)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2013

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

### Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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

За принятие проголосовали:

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

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

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2013

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

II

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

Ethanol and ethanol-containing products.

Gas-chromatographic method for determination of crotonaldehyde (denaturant additive)

Дата введения — 2013—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на этиловый спирт, полученный из пищевого или непищевого сырья, денатурированный кротоновым альдегидом, и спиртосодержащую пищевую продукцию (за исключением любых растворов, эмульсий, суспензий), а также спиртные напитки (далее — продукты) и устанавливает газохроматографический метод определения объемной доли кротонового альдегида.

Диапазон измеряемых объемных долей кротонового альдегида составляет от 0,10 % до 0,40 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

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

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) 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 5964—93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия  
ГОСТ 26703—93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой  
ГОСТ 29224—91 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Отбор проб и подготовка образцов

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

3.2 Готовят образец продукта. Для этого из одной бутылки, направленной в лабораторию для проведения измерений, в микровиалу вместимостью 2 см<sup>3</sup>, предварительно ополоснутую содержимым бутылки, пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> вносят 1 см<sup>3</sup> продукта.

3.3 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы, направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят образец продукта по 3.2.

3.4 Анализ образца продукта проводят по 4.4.3.

### 4 Метод измерений

#### 4.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении летучих органических примесей, в том числе кротонового альдегида, с использованием капиллярных колонок в образце продукта и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — не более 10 мин.

#### 4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более  $5 \cdot 10^{-12}$  гС/с по ГОСТ 26703.

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 мм<sup>3</sup>.

Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1 °С, пределы измерения 0 °С—55 °С по ГОСТ 29224.

Микровialsы вместимостью 2 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

Компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение.

Колонка хроматографическая капиллярная HP-FFAP (производство США)\* 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

Склянка для хранения градуировочной смеси любого типа с пробкой, обеспечивающей герметичность.

Газ-носитель — азот о. ч. по ГОСТ 9293. Допускается использовать генераторы азота.

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

Водород технический марки А по ГОСТ 3022. Допускается использовать генераторы водорода.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Кротоновый альдегид с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Допускается применение других средств измерений, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не ниже указанных.

### 4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.3.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

#### 4.3.2 Кондиционирование капиллярной колонки

4.3.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 0,048—0,072 дм<sup>3</sup>/ч при температуре термостата колонок 180 °С в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при рабочей температуре термостата колонок.

#### 4.3.3 Приготовление градуировочных смесей

Приготовление градуировочных смесей проводят в соответствии с приложением А.

### 4.4 Выполнение измерений

4.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура детектора, °С . . . . .	220;
температура испарителя (инжектора), °С . . . . .	140—200;
температура термостата, °С . . . . .	70;
коэффициент деления потока . . . . .	38:1;
скорость потока воздуха, дм <sup>3</sup> /ч . . . . .	18;
скорость потока водорода, дм <sup>3</sup> /ч . . . . .	1,8;
скорость потока газа-носителя (азот), дм <sup>3</sup> /ч . . . . .	0,15;
объем пробы, мм <sup>3</sup> . . . . .	0,2—0,5.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры, обеспечивающих разделение и последовательность выхода веществ, аналогичные приведенному на рисунке 1.

#### 4.4.2 Градуировка хроматографа

4.4.2.1 Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

4.4.2.2 Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих начальному, среднему и конечному значениям диапазона измеряемых концентраций. Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков кротонического альдегида. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси представлена на рисунке 1.

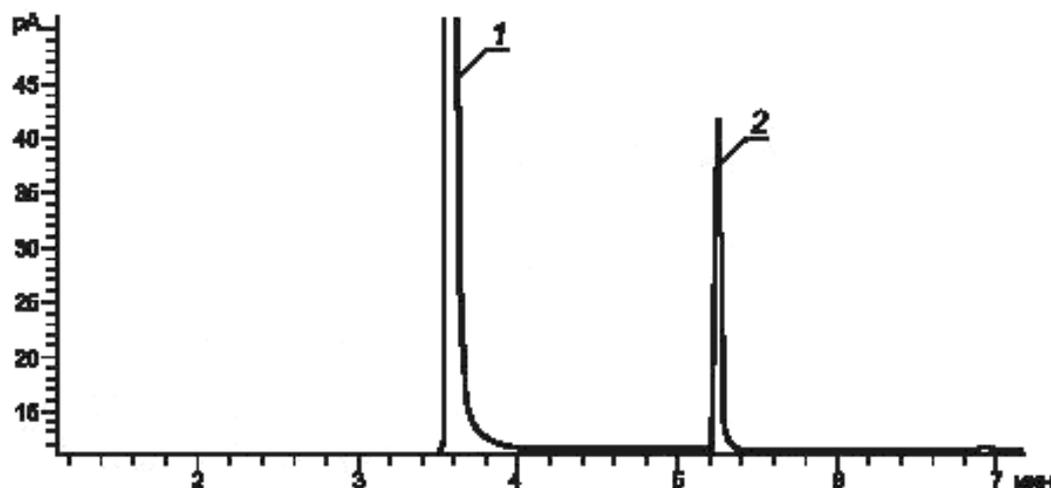
Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения.

Градуировку хроматографа выполняют один раз в неделю.

#### 4.4.3 Анализ образца

Перед проведением анализа образца проводят «холостой» анализ (без ввода образца) в условиях, указанных в 4.4.1. При наличии пиков проводят кондиционирование колонки по 4.3.2.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10,5 или 1 мм<sup>3</sup> вводят 0,2—0,5 мм<sup>3</sup> образца продукта и выполняют хроматографическое разделение смеси в условиях, указанных в 4.4.1. Регистрируют пик кротонического альдегида в области времени удерживания, соответствующего кротоническому альдегиду в градуировочной смеси. Образец анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1.



1 — этиловый спирт; 2 — кротоновый альдегид

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

#### 4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Показатели повторяемости, воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности метода приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений объемной доли кротонового альдегида, %	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) $\sigma_r$ , %	Предел повторяемости $r$ , % при $P = 0,95$ , $n = 2$	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$ , % при $P = 0,95$
От 0,10 до 0,40 включ.	4	11	6	12

\* ОСКО — относительное среднеквадратическое отклонение.

4.5.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений объемной доли кротонового альдегида, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле

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

где 2 — число параллельных определений;

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

100 — множитель для пересчета в проценты;

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

Если условие не выполняется, то выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 4.4.3.

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

4.5.3 Результаты измерений объемной доли кротонового альдегида округляют до двух значащих цифр и представляют в виде:

- кротоновый альдегид — объемная доля в пересчете на безводный спирт, %.

При расчете учитывают коэффициент разведения.

При пересчете на безводный спирт результаты умножают на коэффициент пересчета  $\Gamma$ , вычисляемый по формуле

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

где 100 — объемная доля безводного спирта, %;

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

4.5.4 Результат анализа представляют в виде:

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

где  $X_{cp}$  — среднеарифметическое значение двух результатов измерений объемной доли кротонового альдегида, признанных приемлемыми, %;

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

Если объемная доля кротонового альдегида ниже или выше границ диапазона измерений объемных долей, установленных настоящим стандартом (см. таблицу 1), то результаты представляют в виде  $X_{cp} < 0,10$  объемной доли кротонового альдегида, %, или  $X_{cp} > 0,40$  объемной доли кротонового альдегида, %.

#### 4.6 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

4.6.1 Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы по 3.1, оставленные на хранение.

4.6.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях в соответствии с 4.4.3 и 4.5, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью  $CD_{0,95}$  по формуле

$$|X_{cp1} - X_{cp2}| \leq CD_{0,95}, \quad (3)$$

где  $X_{cp1}, X_{cp2}$  — среднеарифметические значения объемной доли кротонового альдегида, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 4.5, %;

$CD_{0,95}$  — значение критической разности для объемной доли кротонового альдегида, %, вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot X_{cp1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2/2}, \quad (4)$$

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

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

$\sigma_R$  — показатель воспроизводимости (см. таблицу 1) кротонового альдегида, %;

$\sigma_r$  — показатель повторяемости (см. таблицу 1) кротонового альдегида, %;

$X_{cp1,2}$  — среднеарифметическое значение результатов определения объемной доли кротонового альдегида, полученных в первой и второй лабораториях, %:

$$X_{cp1,2} = \frac{X_{cp1} + X_{cp2}}{2}. \quad (5)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-1. При разногласиях руководствуются ГОСТ ИСО 5725-1.

#### 4.7 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

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

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

## 5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе следует соблюдать:

- правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и инструкцией

по эксплуатации прибора.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

К работе на газовом хроматографе допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой газохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

**Приложение А**  
**(обязательное)**

**Методика приготовления аттестованных градуировочных смесей\***

**А.1 Назначение и область применения методики**

Методика регламентирует приготовление аттестованных градуировочных смесей (АГС-0,40; АГС-0,20; АГС-0,10) для определения объемной доли кротонового альдегида в соответствии с настоящим стандартом.

**А.2 Метрологические характеристики**

Характеристики аттестованных градуировочных смесей (АГС-0,40; АГС-0,20; АГС-0,10) в этиловом ректификованном спирте приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

Наименование компонента смеси	АГС-0,40		АГС-0,20		АГС-0,10	
	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности $\pm \delta$ , %, при $P = 0,95$	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности $\pm \delta$ , %, при $P = 0,95$	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности $\pm \delta$ , %, при $P = 0,95$
Кротоновый альдегид в этиловом ректификованном спирте, объемная доля, %	0,40	2,3	0,20	2,6	0,10	2,8

**А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы**

**А.3.1 Средства измерений**

Пипетка 2-2-1 ГОСТ 29169.

Пипетка 1-1-1-0,5 по ГОСТ 29227.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1 °С, пределы измерения 0 °С—55 °С по ГОСТ 29224.

**А.3.2 Реактивы**

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по нормативным документам, действующим на территории стран, принявших стандарт.

Кротоновый альдегид производства с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Допускается применение средств измерений, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками и по качеству не ниже указанных.

Смеси готовят из кротонового альдегида массовой долей не менее 98 % на этиловом ректификованном спирте, используемом в качестве растворителя.

**А.4 Процедура приготовления**

**А.4.1 Приготовление градуировочной смеси (АГС-0,40) объемной долей кротонового альдегида 0,40 % в этиловом ректификованном спирте**

А.4.1.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают 40 см<sup>3</sup> этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 0,5 см<sup>3</sup> вносят 0,4 см<sup>3</sup> кротонового альдегида.

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

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

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают 40 см<sup>3</sup> этилового ректификованного спирта и пипеткой вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 50 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей кротонового альдегида 0,40 %, приготовленной по А.4.1. Далее повторяют операции по А.4.1.2.

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

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

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают 40 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного спирта и пипеткой вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 50 см<sup>3</sup> градуировочной смеси объемной долей кротонового альдегида 0,20 %, приготовленной по А.4.2. Далее повторяют операции по А.4.1.2.

**А.5 Расчет метрологических характеристик аттестованных градуировочных смесей**

А.5.1 Погрешность аттестованного значения градуировочной смеси суммируется из погрешности массовой доли основного вещества в кротоновом альдегиде ( $\pm 1$  %) и погрешностей измерения объемов с помощью мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> ( $\pm 0,5$  %), пипеток вместимостью 0,5 см<sup>3</sup> ( $\pm 2$  %) и вместимостью 50 см<sup>3</sup> ( $\pm 1$  %).

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

А.5.2.1 Расчет погрешности  $\delta_{0,40}$  для аттестованного значения градуировочной смеси АГС-0,40 с объемной долей кротонового альдегида 0,40 % в этиловом ректифицированном спирте

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

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

А.5.2.2 Расчет погрешности  $\delta_{0,20}$  для аттестованного значения градуировочной смеси АГС-0,20 с объемной долей кротонового альдегида 0,20 % в этиловом ректифицированном спирте

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

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

А.5.2.3 Расчет погрешности  $\delta_{0,10}$  для аттестованного значения градуировочной смеси АГС-0,10 с объемной долей кротонового альдегида 0,10 % в этиловом ректифицированном спирте

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

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

**А.6 Требования безопасности**

Работы по приготовлению аттестованных градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу с соблюдением мер предосторожности.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

**А.7 Требования к квалификации оператора**

Аттестованные градуировочные смеси готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

**А.8 Требования к упаковке и маркировке**

Аттестованную градуировочную смесь помещают в колбу с пришлифованной пробкой. На колбу наклеивают этикетку с указанием объемной доли кротонового альдегида, даты и времени его приготовления.

**А.9 Условия хранения**

Аттестованные градуировочные смеси, приготовленные по А.4, хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде не более 8 ч.

---

УДК 663.5.543.06:006.354  
661.722:543.06:006.354

МКС 67.160.10  
71.080.60

Н79  
Л29

Ключевые слова: спирт этиловый ректификованный, спиртосодержащая продукция, кротоновый альдегид, денатурирующая добавка, газохроматографический метод, градуировочная смесь, хроматограмма анализа

---

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

Сдано в набор 30.09.2013. Подписано в печать 08.10.2013. Формат 60×84<sup>1/8</sup>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 113 экз. Зак. 1112.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

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