



ДСТУ 4222:2003

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ГОРІЛКИ, СПИРТ ЕТИЛОВИЙ ТА ВОДНО-СПИРТОВІ РОЗЧИНИ

Газохроматографічний метод визначання
вмісту мікрокомпонентів

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів

РОЗРОБНИКИ: С. Олійнічук, д-р техн. наук, академік; З. Кравчук; І. Гогоман, канд. хім. наук; Т. Татарінова; Н. Булах

2 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ наказом Держспоживстандарту України від 14 жовтня 2003 р. № 155

3 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні чинності ГОСТ 30536–97)

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати цей документ повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України.
Держспоживстандарт України, 2004**

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Відбирання і підготовка проб	2
5 Метод вимірювання	3
5.1 Принцип методу	3
5.2 Апаратура, засоби вимірювальної техніки, реактиви, матеріали	3
5.3 Підготовка до виконання вимірювань	3
5.4 Градування приладу	4
5.5 Проведення вимірювань	4
5.6 Оброблення результатів вимірювань	5
5.7 Норми похибки вимірювань	5
5.8 Контроль якості вимірювань	6
6 Вимоги щодо безпеки	7
Додаток А Хроматограма водно-спиртового розчину	8
Додаток Б Бібліографія	9

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ГОРІЛКИ, СПИРТ ЕТИЛОВИЙ
ТА ВОДНО-СПИРТОВІ РОЗЧИНИ

Газохроматографічний метод визначання
вмісту мікрокомпонентів

ВОДКИ, СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ
И ВОДНО-СПИРТОВЫЕ РАСТВОРЫ

Газохроматографический метод определения
содержания микрокомпонентов

VODKAS, ETHANOL
AND AQUEOUS ALCOHOL SOLUTIONS

Gas chromatographic method for determination
of microcomponents content

Чинний від 2004-10-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на горілки і спирт етиловий і встановлює газохроматографічний метод визначання вмісту мікрокомпонентів (ацетальдегіду, метанолу, компонентів сивушного масла, естерів) з використанням капілярних колонок. Метод придатний для визначання мікрокомпонентів у відгонах, отриманих із забарвлених лікєро-горілочаних напоїв, горілках особливих з ароматизаторами або ароматними спиртами, а також інших водно-спиртових розчинах.

Діапазон визначання масових концентрацій мікрокомпонентів (крім метанолу) в перерахунку на безводний спирт — від 0,5 до 20000 мг/дм³, об'ємної частки метанолу в перерахунку на безводний спирт від 0,0001 до 1,5 %.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі стандарти:

ДСТУ 4164:2003 Напої лікєро-горілочані. Правила приймання і методи випробовування

ДСТУ 4165:2003 Горілки і горілки особливі. Правила приймання і методи випробовування

ДСТУ 4181:2003 Спирт етиловий ректифікований і спирт етиловий — сирець. Правила приймання і методи випробовування

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ГОСТ 8.207–76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования безопасности и номенклатуры видов защиты

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

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5583–78 (ИСО 2046–73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–77) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

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

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.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті подані такі терміни:

Назви хімічних сполук (у квадратних дужках наведено реєстраційні номери CAS, у круглих дужках — назви згідно з номенклатурою IUPAC): ацетальдегід [75-07-0] (етаналь), метилацетат [79-20-9], етилацетат [141-78-6], етилбутират [105-54-4], ізобутилацетат [110-19-0], ізоамілацетат [123-92-2], метанол [67-56-1], *n*-пропанол [71-23-8], ізопропанол [67-63-0] (2-пропанол), ізобутанол [78-83-1] (2-метилпропанол-1), *n*-бутанол [71-36-3], ізоаміловий спирт [123-51-3] (суміш ізомерів 2-метилбутанолу-1 та 3-метилбутанолу-1).

4 ВІДБИРАННЯ І ПІДГОТОВКА ПРОБ

4.1 Відбирання проб для випробовування та визначання об'ємної частки етилового спирту в горілках і горілках особливих здійснюють згідно з ДСТУ 4165; в лікєро-горілчаніх напоях — згідно з ДСТУ 4164; в спирті — згідно з ДСТУ 4181. Відбирання проб для досліджень та визначання об'ємної частки етилового спирту в інших водно-спиртових сумішах — згідно з чинними нормативними документами.

4.2 Спирт етиловий, спирт етиловий — сирець, горілки, горілки особливі та безбарвні лікєро-горілчані напої аналізують без попередньої відгонки спирту із зразка. Із середньої проби, що надійшла в лабораторію для досліджень, відбирають піпеткою у віалу місткістю (2—4) см³ пробу об'ємом (1—2) см³ і щільно закривають ковпачком. Віалу попередньо споліскують досліджуванним зразком.

4.3 Забарвлені лікєро-горілчані напої попередньо переганяють згідно з ДСТУ 4164. Відгон лікєро-горілчаного напою об'ємом (1—2) см³ відбирають у віалу місткістю (2—4) см³ і щільно закривають ковпачком. Віалу попередньо споліскують досліджуванним відгоном.

4.4 Інші водно-спиртові суміші досліджують з відгону, якщо вони мають домішки, нелеткі в умовах хроматографічного випробовування, і в розведенні — якщо вони мають вміст мікрокомпонентів більше 1000 мг/дм³. Для розведення із середньої проби водно-спиртової суміші або відгону відбирають піпеткою зразок об'ємом 1 см³ у мірну колбу місткістю 100 см³ доводять до позначки спиртом етиловим ректифікованим «Вищої очистки», ретельно перемішують. З отриманого розчину відбирають піпеткою у віалу місткістю (2—4) см³ зразок об'ємом (1—2) см³ і щільно закривають ковпачком. Віалу попередньо споліскують досліджуваною пробою. Розраховуючи результат дослідження, враховують коефіцієнт розведення.

4.5 Для проведення контролю відтворності, пробу, що надійшла у лабораторію для досліджень, ділять на дві рівні частини і з кожної частини готують пробу відповідно до 4.2, 4.3 або 4.4.

5 МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ

5.1 Принцип методу

Метод ґрунтується на газохроматографічному розділенні мікрокомпонентів у дослідній пробі і наступному їх детектуванні полум'яно-іонізаційним детектором. Вимірювання виконують за методом абсолютного градування (метод зовнішнього стандарту). Дозволено застосовувати метод внутрішнього стандарту. Тривалість проведення хроматографічного дослідження одного зразка — 20—25 хв.

5.2 Апаратура, засоби вимірювальної техніки, реактиви, матеріали

Газовий хроматограф з полум'яно-іонізаційним детектором, інжектором з можливістю поділу потоку для роботи з капілярними колонками, межею детектування за нормальними вуглеводнями (C_7 — C_{15}) не більше $5 \cdot 10^{-12}$ г/с

Комп'ютер або інтегратор з програмним забезпеченням

Колонка хроматографічна капілярна FFAP 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм. Дозволено застосування капілярних колонок з іншими фазами і технічними характеристиками, що забезпечують розділення, не гірше наведеного на рисунку 1 (додаток А)

Мікрошприц місткістю 1 мм³, 5 мм³ або 10 мм³

Колба 2-100-2 згідно з ГОСТ 1770

Лійка В-36-50 ХС згідно з ГОСТ 25336

Піпетка 3-1-1-0,5 згідно з ГОСТ 29227

Піпетка 2-2-1 згідно з ГОСТ 29169

Термометр лабораторний шкальний ТЛ 2 з ціною поділки 0,5 °С, діапазоном вимірювання (0—55) °С згідно з ГОСТ 29224

Віали місткістю (2—4) см³ з ковпачком з тефлоновою ущільнювальною мембраною згідно з чинними нормативними документами

Градувальні водно-етанольні розчини згідно з чинними нормативними документами

Газ-носій — азот, ос. ч. згідно з ГОСТ 9293. Дозволено застосування генераторів азоту

Водень технічний марки А згідно з ГОСТ 3022. Дозволено застосування генераторів водню

Повітря стиснене згідно з ГОСТ 17433, клас забруднення 0. Дозволено застосовувати повітряні компресори будь-якого типу, які забезпечують тиск і чистоту повітря відповідно до інструкції з експлуатації газового хроматографа.

Дозволено заміну повітря на кисень згідно з ГОСТ 5583.

Дозволено застосування інших засобів вимірювань, матеріалів і реактивів з характеристиками, не гіршими, ніж наведені.

5.3 Підготовка до виконання вимірювань

5.3.1 Монтують, наладжують і вводять хроматограф в робочий режим відповідно до інструкції з експлуатації хроматографа.

5.3.2 Кондиціюють колонки відповідно до інструкції з експлуатації колонки.

5.3.3 Умови хроматографування:

— програма термостата	60—75 °С, 5—6 хв
	10 °С/хв до 130 °С
— температура випаровувача (інжектора)	150—200 °С
— коефіцієнт поділу потоку	від 40:1 до 15:1
— температура детектора	180—220 °С
— об'ємна витрата потоку повітря	200—500 см ³ /хв
— або кисню	40—150 см ³ /хв
— об'ємна витрата потоку водню	12—30 см ³ /хв
— об'ємна витрата потоку газу-носія (азот)	0,5—2 см ³ /хв
— об'єм проби	0,5—1 мм ³

Дозволено проведення дослідження в інших умовах хроматографування, що забезпечують розділення мікрокомпонентів, не гірше наведеного на рисунку 1 (додаток А).

Правильність вибору параметрів хроматографічної колонки і температурної програми перевіряють, вводячи в інжектор хроматографа контрольний зразок для перевірки хроматографічного розділення піків. Цей контрольний зразок повинен включати до свого складу всі цільові мікрокомпоненти.

Вибрані умови хроматографування повинні забезпечувати такий ступінь повноти розділення піків, щоб відношення різниці між висотою меншого із двох піків і висотою мінімуму між піками, вимірюваними від нульової лінії, до висоти меншого із двох піків, перевищувало 0,5.

5.4 Градування приладу

5.4.1 Прилад градуують за градувальними водно-етанольними розчинами методом абсолютного градування. Масова концентрація мікрокомпонентів у градувальному розчині повинна бути близькою до вмісту мікрокомпонентів у дослідній пробі.

Градувальні водно-етанольні розчини містять такі мікрокомпоненти: ацетальдегід, метилацетат, етилацетат, етилбутират, ізобутилацетат, ізоамілацетат, метанол, *n*-пропанол, ізопропанол, ізобутанол, *n*-бутанол, ізоаміловий спирт. До їх складу також можуть бути долучені додаткові мікрокомпоненти. Розчинником у градувальних водно-етанольних розчинах є етиловий спирт або водно-етанольний розчин з об'ємною часткою етилового спирту відповідно 96,0 % або 40,0 %.

Градувальні водно-етанольні розчини зберігають за температури від 2 до 8 °С в герметично закритих віалах. Термін зберігання, залежно від складу градувального водно-етанольного розчину, становить від 3 до 6 міс.

5.4.2 Градуують хроматограф, застосовуючи два-три градувальні водно-етанольні розчини з масовою або об'ємною концентрацією мікрокомпонентів, що перекриває діапазон вимірюваних концентрацій.

Для будування градувальної залежності застосовують метод найменших квадратів та засоби обчислювальної техніки (комп'ютери, електронні таблиці, відповідні програми для обробки та візуалізації даних).

Градувальні водно-етанольні розчини витримують до введення в хроматограф за температури (20 ± 2) °С в кімнаті або на водяній бані не менше 30 хв.

Записують хроматограми кожного градувального розчину. Реєструють час утримання і площі (висоти) піків мікрокомпонентів. Вимірювання кожного рівня концентрацій повторюють. Перевіряють, використовуючи комп'ютерні програми або вираховуючи, згідно з ГОСТ 8.207, значення СКВ (середній квадратичний відхил) площі (висоти) піку кожного мікрокомпоненту. Якщо результати двох паралельних досліджень не співпадають (СКВ більше 8 %), проводять третє введення зразка. Якщо результати співпадають, то градування завершено. Якщо результати незадовільні, аналізують причини, що привели до цього і усувають їх.

Градування хроматографа виконують за контрольним зразком так часто, як це дозволяє критерій контролю якості — відносна різниця градувальних коефіцієнтів для поточного та попереднього дослідження, яка не повинна перевищувати 10 %. В якості контрольного зразка використовують градувальну суміш. Для наочності будують контрольні діаграми Шухарта [1].

5.5 Проведення вимірювань

Дослідження проби

До введення в хроматограф пробу витримують за температури (20 ± 2) °С в кімнаті або на водяній бані не менше 30 хв.

У випаровувач (інжектор) мікрошприцом вводять 1 мм^3 зразка і проводять хроматографічне розділення суміші в умовах, наведених у 5.3.3. Реєструють піки, що відповідають кожному мікрокомпоненту градувального розчину. Проводять два паралельних дослідження зразка. Оперативний контроль збіжності здійснюють згідно з 5.8. У разі перевищення нормативу оперативного контролю збіжності дослідження повторюють.

5.6 Оброблення результатів вимірювань

Обробляють результати вимірювань, використовуючи програмне забезпечення персонального комп'ютера або інтегратора, які входять до складу комплексу хроматографа, відповідно до інструкції з експлуатації.

Ідентифікацію піків проводять за часом утримання стандартних речовин.

За результат вимірювання беруть середнє арифметичне значення двох паралельних визначень, допустима різниця між якими не повинна перевищувати норматив оперативного контролю збіжності d_n , значення якого наведено в таблиці 2, та обчислене з такою кількістю значивних цифр, щоб остання цифра результату була першою значивою цифрою границі абсолютної похибки.

Результати вимірювань вмісту мікрокомпонентів виражають:

— для метанолу — в об'ємній частці в перерахунку на безводний спирт, %;

— для ацетальдегіду, естерів (метилацетату, етилацетату, етилбутирату, ізобутилацетату, ізоамілацетату), сивушного масла (*n*-пропанолу, ізопропанолу, ізобутанолу, *n*-бутанолу, ізоамілового спирту) — в масовій концентрації в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³.

Для перерахунку на безводний спирт результати множать на коефіцієнт Π , який визначають за формулою:

$$\Pi = 100 : \varphi, \quad (1)$$

де φ — об'ємна частка етанолу в досліджуваній пробі, %;

100 — об'ємна частка етанолу в безводному спирті, %.

Результат визначення вмісту кожного мікрокомпонента в пробі (горілці, відгоні або спирті та ін.) представляють у вигляді:

$$(\varphi_{\text{сер}} \pm \Delta_{\varphi}) \%, P = 0,95 \text{ та } (\rho_{\text{сер}} \pm \Delta_{\rho}) \text{ мг/дм}^3, P = 0,95 \quad (2)$$

де $\varphi_{\text{сер}}$ — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу в перерахунку на безводний спирт, %;

$\rho_{\text{сер}}$ — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень масової концентрації мікрокомпонента, в перерахунку на безводний спирт, мг/дм³

$\Delta_{\varphi}, \Delta_{\rho}$ — абсолютні похибки вимірювання вмісту мікрокомпонента:

$$\Delta_{\varphi} = 0,01\delta \cdot \varphi_{\text{сер}} \text{ або } \Delta_{\rho} = 0,01\delta \cdot \rho_{\text{сер}}$$

де δ — довірчі границі відносної похибки вимірювання вмісту відповідного мікрокомпонента, % (наведені в таблиці 1).

Результати дослідження естерів розраховують як суму масових концентрацій естерів, ідентифікованих у пробі, в перерахунку на безводний спирт.

Результати дослідження сивушного масла розраховують як суму масових концентрацій вищих спиртів, ідентифікованих у пробі, в перерахунку на безводний спирт.

Примітка. Якщо отриманий результат дослідження менший за нижню межу діапазону вимірювання, (0,5мг/дм³), в протоколах випробовування вказують отриманий результат вмісту мікрокомпонента за даним методом.

5.7 Норми похибки вимірювань

Методика виконання вимірювань забезпечує виконання вимірювань з відносними похибками, які не перевищують наведених у таблиці 1.

Таблиця 1 — Відносна похибка вимірювань

Мікрокомпонент, одиниця вимірювання вмісту	Діапазон вимірювання вмісту	Довірчі границі відносної похибки вимірювань, δ за $P = 0,95$, %
Усі мікрокомпоненти, крім метанолу, масова концентрація у перерахунку на безводний спирт, мг/дм ³	Від 0,5 до 1,0 вкл. понад 1,0 до 10,0 вкл. понад 10,0 до 1000	± 20 ± 15 ± 10

Закінчення таблиці 1

Мікрокомпонент, одиниця вимірювання вмісту	Діапазон вимірювання вмісту	Довірчі границі відносної похибки вимірювань, δ за $P = 0,95, \%$
Метанол, об'ємна частка, у перерахунку на безводний спирт, %	від 0,0001 до 0,001 вкл. понад 0,001 до 0,1 вкл. понад 0,1 до 1,5 вкл.	± 20 ± 15 ± 10

5.8 Контроль якості вимірювань

Значення нормативів контролю характеристик похибки визначання масової концентрації або об'ємної частки наведено в таблиці 2.

Таблиця 2 — Значення нормативів контролю

Мікрокомпонент, одиниця вимірювання	Діапазон вимірювань	Нормативи контролю		
		збіжності $d_n, n = 2,$ $P = 0,95, \%$	внутрішньо- лабораторної відтворності $D_n,$ $m = 2,$ $P = 0,95, \%$	довірчі границі відносної похибки методу $K_n,$ $P = 0,95, \%$
Усі мікрокомпоненти, крім метанолу, масова концентрація у перерахунку на безводний спирт, мг/дм ³	Від 0,5 до 1,0 вкл.	20	25	20
	понад 1,0 до 10,0 вкл.	15	20	15
	понад 10,0 до 1000	10	15	10
Метанол, об'ємна частка у перерахунку на безводний спирт, %	Від 0,0001 до 0,001 вкл.	20	30	15
	понад 0,001 до 0,1 вкл.	15	20	10
	понад 0,1 до 1,5 вкл.	10	15	10

5.8.1 Оперативний контроль збіжності проводять за допомогою порівняння різниці результатів двох паралельних визначень під час виконання кожного дослідження проби з нормативом контролю збіжності. Умови збіжності передбачають виконання дослідження однієї і тієї самої проби за одних і тих самих умов, одним виконавцем, на одному приладі.

Збіжність результатів паралельних визначень d вважається задовільною, якщо виконується умова:

$$d = 100 (\rho_1 - \rho_2) / \rho_{\text{сер}} \leq d_n \text{ та } d = 100 (\varphi_1 - \varphi_2) / \varphi_{\text{сер}} \leq d_n, \quad (3)$$

де ρ_1, ρ_2 — більший і менший результат із двох паралельних визначень для кожного мікрокомпонента крім метанолу, виконаних в умовах збіжності, мг/дм³;

$\rho_{\text{сер}}$ — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень для кожного мікрокомпонента крім метанолу, виконаних в умовах збіжності, мг/дм³;

φ_1, φ_2 — більший і менший результат із двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах збіжності, %;

$\varphi_{\text{сер}}$ — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах збіжності, %;

d_n — норматив контролю збіжності, наведений у таблиці 2.

У разі перевищення нормативу оперативного контролю збіжності дослідження повторюють, а якщо повторно перевищено вказаний норматив, аналізують причини, що привели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх.

5.8.2 Контроль відтворності в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці. Через кожні 20 проб хроматографують лабораторний контрольний зразок. В якості такого використовують реальний спирт або горілочаний напій. Концентрації мікрокомпонентів у ньому повинні бути близькі до концентрацій в досліджуваних зразках.

Два паралельні зразки напою досліджують відповідно до методики, використовуючи різні партії реактивів, різний час проведення досліджень, залучаючи різних аналітиків, на різних приладах. Отримують два результати аналізу (ρ_1 , ρ_2 , φ_1 , φ_2) в умовах внутрішньолабораторної відтворності.

Відносна різниця між двома результатами дослідження D не повинна бути більшою значення нормативу контролю відтворності

$$D = 100 (\rho_1 - \rho_2) / \rho_{\text{сер}} \leq D_n \text{ та } D = 100 (\varphi_1 - \varphi_2) / \varphi_{\text{сер}} \leq D_n, \quad (4)$$

- де ρ_1 , ρ_2 — більший і менший результат із двох паралельних визначень для кожного мікрокомпоненту крім метанолу, виконаних в умовах відтворності, мг/дм³;
 $\rho_{\text{сер}}$ — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень для кожного мікрокомпонента крім метанолу, виконаних в умовах відтворності, мг/дм³;
 φ_1 , φ_2 — більший і менший результат із двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах відтворності, %;
 $\varphi_{\text{сер}}$ — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах відтворності, %;
 D_n — норматив контролю відтворності, наведений у таблиці 2.

У разі перевищення нормативу контролю відтворності, дослідження повторюють, а якщо повторно перевищено вказаний норматив, аналізують причини, що привели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх.

5.8.3 Внутрішній контроль границі відносної похибки методу K в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці з використанням відповідного контрольного зразка. В якості такого використовують стандартний зразок згідно з [2]. Концентрації мікрокомпонентів у ньому повинні бути близькі до концентрацій в досліджуваних зразках.

$$K = 100 |\rho - \rho_{\text{сз}}| / \rho_{\text{сз}} \leq K_n \text{ та } K = 100 |\varphi - \varphi_{\text{сз}}| / \varphi_{\text{сз}} \leq K_n, \quad (5)$$

- де ρ — результат визначень масової концентрації кожного мікрокомпонента у стандартному зразку, крім метанолу, мг/дм³;
 $\rho_{\text{сз}}$ — атестоване значення масової концентрації мікрокомпонента у стандартному зразку, крім метанолу, мг/дм³;
 φ — результат визначень об'ємної частки метанолу у стандартному зразку, %;
 $\varphi_{\text{сз}}$ — атестоване значення об'ємної частки метанолу у стандартному зразку, %;
 K_n — норматив контролю границі відносної похибки, наведений у таблиці 2.

5.8.4 Зовнішній контроль границі відносної похибки методу K здійснюють періодично, але не рідше одного разу на рік у рамках міжлабораторних випробовувань або програм професійного тестування з використанням відповідного тестового матеріалу. В якості такого використовують стандартний зразок згідно з [2]. Концентрації мікрокомпонентів у ньому повинні бути близькі до концентрацій в досліджуваних пробах.

У разі перевищення нормативу контролю границі відносної похибки методу, дослідження повторюють, а якщо повторно перевищено вказаний норматив, аналізують причини, що привели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх згідно з внутрішньолабораторною документацією з системи якості.

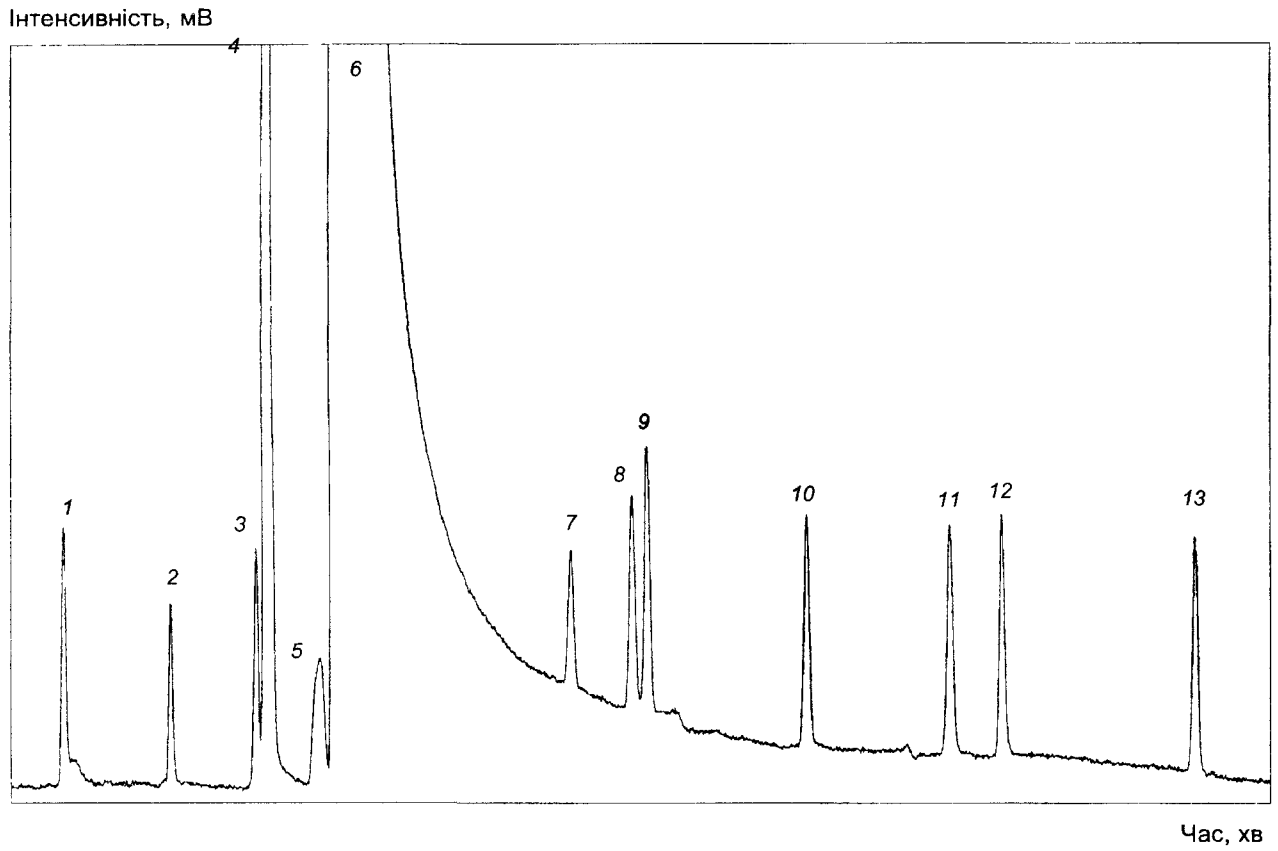
6 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

Під час роботи на газовому хроматографі слід дотримуватися:

- правил безпечної експлуатації контейнерів для газів, що працюють під тиском [3];
- вимог вибухової безпеки згідно з ГОСТ 12.1.010;
- вимог електричної безпеки згідно з ГОСТ 12.1.019 та інструкції з експлуатації приладу.

До роботи на газовому хроматографі можна допускати осіб, що мають кваліфікацію не нижче техніка, пройшли відповідний тренінг і володіють технікою газохроматографічного дослідження, а також вивчили інструкцію з експлуатації відповідної апаратури.

ХРОМАТОГРАМА ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ



1 — ацетальдегід; 2 — метилацетат; 3 — етилацетат; 4 — метанол; 5 — ізопропанол;
6 — етиловий спирт; 7 — ізобутилацетат; 8 — *n*-пропанол; 9 — етилбутират; 10 — ізобутанол;
11 — ізоамілацетат; 12 — *n*-бутанол; 13 — ізоамловий спирт.

Рисунок А.1

ДОДАТОК Б
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ISO 8258:1991 Shewhart control charts
- 2 ТУ У 18.426–99 Розчини водно-етанольні типові
- 3 ДНАОП 0.00-1.07–94 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением. Затв. Держнагляд Охоронпраці України 18.10.94 р. №104

67.160.10

Ключові слова: горілки, спирт етиловий ректифікований, газохроматографічний метод, відбирання і підготовка проб, градування приладу, результати вимірювання, ацетальдегід, метилацетат, етилацетат, метанол, ізопропанол, ізобутилацетат, *n*-пропанол, етилбутират, ізобутанол, ізоамілацетат, *n*-бутанол, ізоаміловий спирт, метрологічні характеристики, збіжність, відтворність, вимоги щодо безпеки.
