



ПРЯМОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО СОДЕРЖАНИЯ КОМПОНЕНТОВ В ЭТАНОЛСОДЕРЖАЩЕЙ ПРОДУКЦИИ

**Черепица С.В., Заяц Н.И., Коваленко А.Н., Котов Ю.Н.,
Кулевич Н.В., Мазаник А.Л, Макоед Н.М., Сытова С.Н.,
Шманай В.В.**

НИИ ЯП БГУ, БГТУ, ИФОХ НАНБ, ОАО «Росспиртпром»



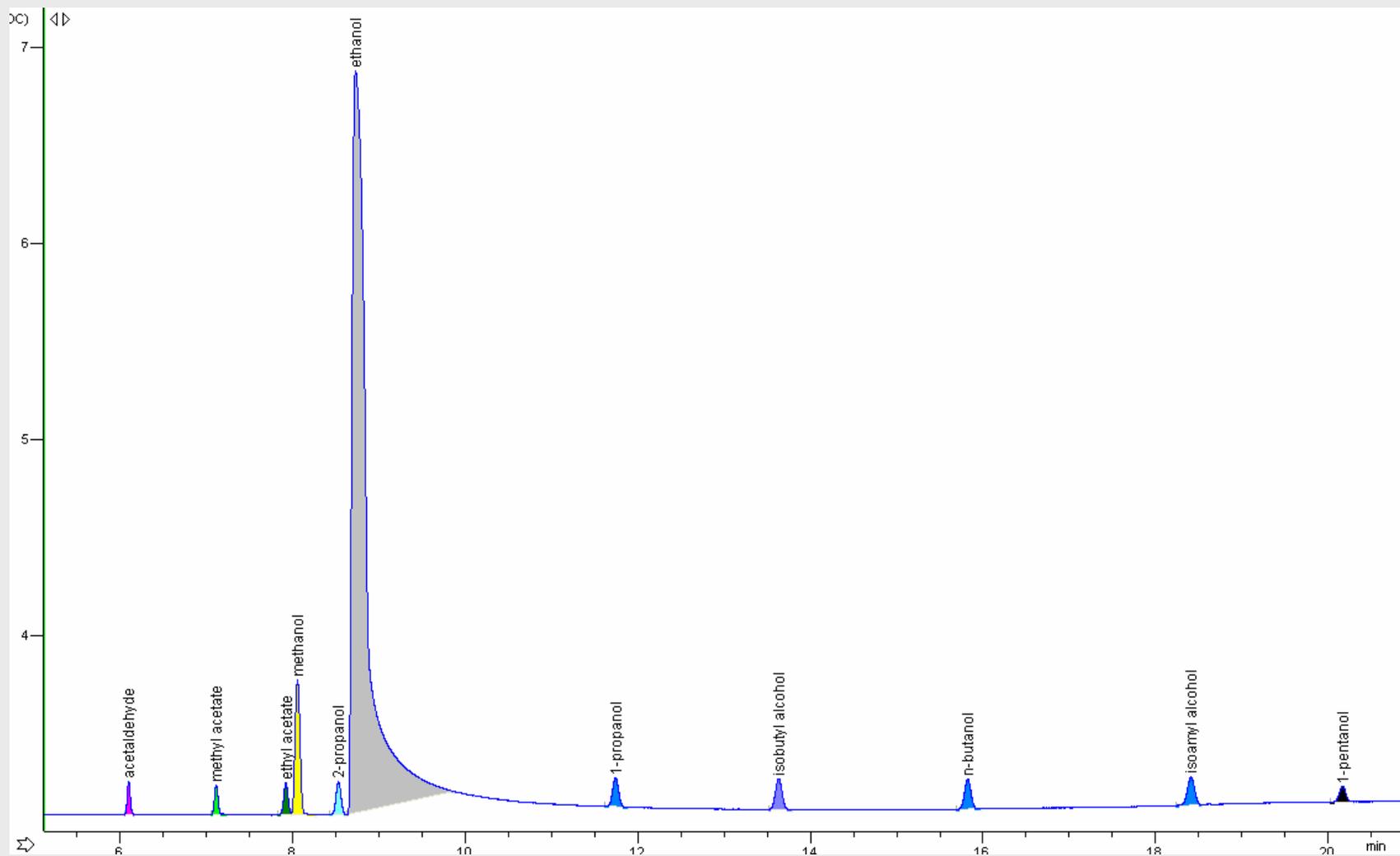
Что анализируют

Во всех, без исключения, национальных (российских, белорусских, украинских) и международных, в том числе в американских АОАС (Association of Official Analytical Chemists) и в европейских директивах Commission Regulation ЕС 2870-2000, нормируется предельное содержание следующих токсичных компонентов в мг на литр безводного спирта (Absolute Alcohol - АА):

- ацетальдегид,
- метилацетат,
- этилацетат,
- метанол,
- 2-пропанол,
- 1-пропанол,
- изобутанол,
- 1-бутанол,
- изоамилол.



Компонентный состав





Как анализируют традиционно

Анализ выполняют на газовых хроматографах.

Количественных расчет проводят методом внутреннего или внешнего стандарта.

Метод внутреннего стандарта обеспечивает высокую достоверность получаемых данных. Однако процедура введения вещества внутреннего стандарта в исследуемый образец на уровне нескольких ppm (10^{-4} %) требует соответствующей высокого уровня профессиональной подготовки специалистов, выполняющих анализы.

В странах СНГ анализ выполняется по методу внешнего стандарта.

Во всех остальных странах мира анализ выполняется по методу внутреннего стандарта. В качестве последнего наиболее часто используют вещество 3- или 1-пентанол.



Метод внешнего стандарта

Коэффициент отклика детектора i -го компонента

$$RF_i = \frac{C_i^{st}(sol)}{A_i^{st}}$$

Концентрация i -го компонента мг на литр раствора

$$C_i(sol) = RF_i \cdot A_i$$

Концентрация i -го компонента мг на литр абсолютного алкоголя

$$C_i(AA) = C_i(sol) \cdot \frac{100}{strength}$$



Метод внутреннего стандарта

Относительный коэффициент отклика детектора i -го компонента

$$RRF_i = RF_i / RF_{IS} = \frac{C_i^{st} (sol) / A_i^{st}}{C_{IS}^{st} (sol) / A_{IS}^{st}} = \frac{A_{IS}^{st} \cdot C_i^{st} (sol)}{A_i^{st} \cdot C_{IS}^{st} (sol)}$$

Концентрация i -го компонента мг на литр раствора

$$C_i (sol) = RRF_i \times \frac{A_i}{A_{IS}} \times C_{IS} (sample)$$

Концентрация i -го компонента мг на литр абсолютного алкоголя

$$C_i (AA) = C_i (sol) \cdot \frac{100}{strength}$$



Метод прямого определения

Относительный коэффициент отклика детектора i -го компонента

$$RRF_i = RF_i / RF_{IS} = \frac{C_i^{st}}{A_i^{st}} / \frac{C_{IS}^{st}}{A_{IS}^{st}} = \frac{A_{IS}^{st} \cdot C_i^{st}}{A_i^{st} \cdot \rho_{Et}}$$

Концентрация i -го компонента мг на литр абсолютного алкоголя

$$C_i = RRF_i \cdot \frac{A_i}{A_{Et}} \cdot \rho_{Et} = C_i^{st} \cdot \frac{A_{Et}^{st}}{A_i^{st}} \cdot \frac{A_i}{A_{Et}}$$

**Метод не требует дополнительных измерений
объемного содержания этилового спирта в образце**



Принципиальное отличие от метода нормализации

Концентрация i -го компонента (в процентах) по методу внутренней нормализации определяется в соответствии со следующей формулой:

$$C_i (\%) = \frac{RRF_i \cdot A_i}{\sum_{j=1}^N RRF_j \cdot A_j} \cdot 100$$

Видно, что получить результат в требуемой размерности мг на литр безводного спирта не представляется возможным.

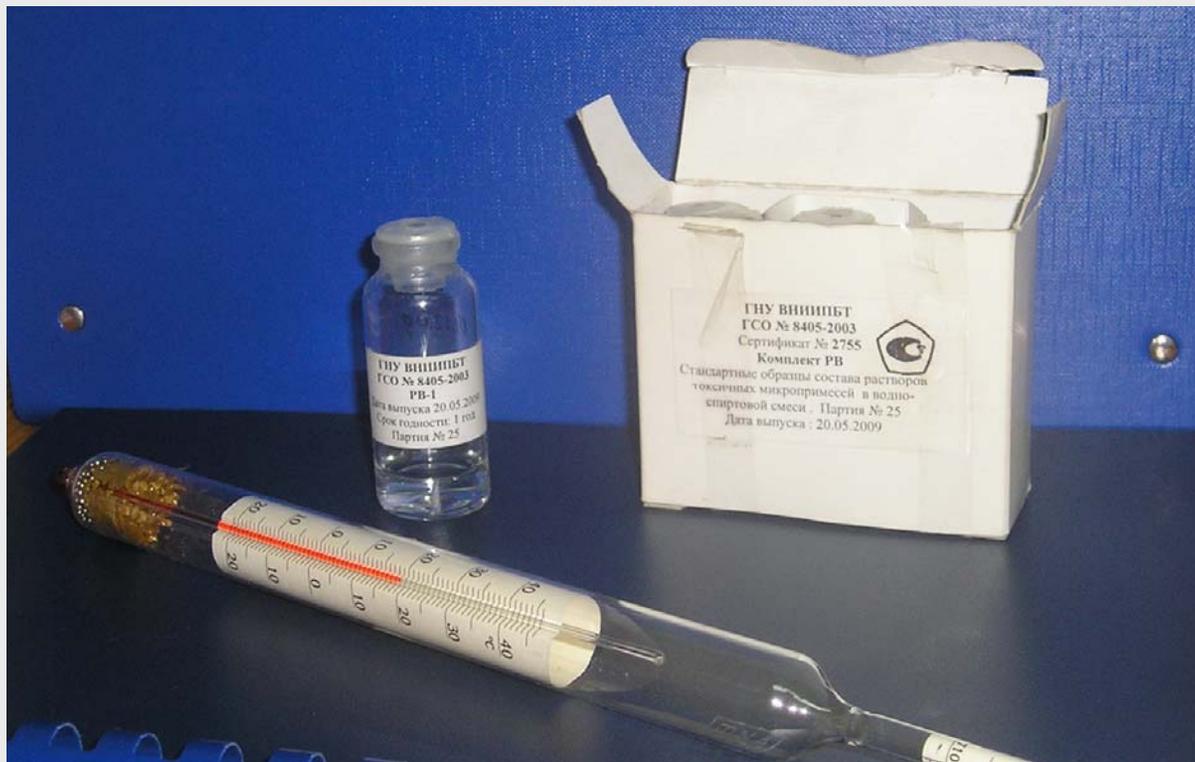


Нерешенные проблемы ГОСТ Р 51698 и ГОСТ Р 52363

1. Ограничение на объем контрольного образца для ГОСТ Р 51698 и ГОСТ Р 5363, в качестве которого можно предлагать ГСО с объемом не менее 50 мл, обусловлено необходимостью измерять объемное содержание этанола по ГОСТ 3639 спиртометром или пикнометром.
2. Наличие ошибок, более 10%, при определении объемного содержания этанола в этанолсодержащих продуктах по ГОСТ Р 52363.



ГСО-8404 и ГСО-8405



Измерить с помощью ареометра АСп-1 по ГОСТ 3639 объемное содержание этилового спирта в градуировочных растворах ГСО-8405 не представляется возможным.

Нет статуса контрольного образца и ГСО



Рабочий вариант СО



Набор СО для градуировки хроматографических комплексов и проведения контрольных испытаний содержания летучих органических соединений в спиртосодержащей продукции. Величины концентраций исследуемых компонентов представлены в мг на литр АА.



Результаты исследования СО

Компонент	<i>RRF</i>	<i>R²</i>
ацетальдегид	1,627	0,99999
метилацетат	1,591	0,99997
этилацетат	1,305	0,99999
метанол	1,449	0,99999
2-пропанол	0,962	0,99999
1-пропанол	0,852	0,99999
2-метил-1-пропанол	0,708	0,99999
1-бутанол	0,772	0,99999
3-метил-1-бутанол	0,715	0,99999

Численные значения относительных коэффициентов чувствительности *RRF* и соответствующих коэффициентов аппроксимации *R*.



Результаты исследования СО

№ смеси	ацетальдегид			метилацетат			этилацетат			метанол		
	C st, u(C), mg/l	C exp, S(TO), mg/l	Δ, u, %	C st, u(C), mg/l	C exp, S(TO), mg/l	Δ, u, %	C st, u(C), mg/l	C exp, S(TO), mg/l	Δ, u, %	C st, u(C), mg/l	C exp, S(TO), mg/l	Δ, u, %
1	1,23	1,23	-0,1	1,08	1,08	-0,5	1,13	1,10	-2,3	13,39	12,82	-4,2
	0,024	0,07	6,1	0,001	0,04	3,5	0,002	0,05	5,2	0,376	0,22	5,4
2	2,25	2,26	0,2	2,11	1,99	-5,4	2,20	2,08	-5,8	23,72	22,29	-6,0
	0,025	0,09	4,3	0,005	0,08	6,7	0,005	0,07	6,7	0,382	0,14	6,3
3	5,16	5,10	-1,0	5,04	4,90	-2,9	5,27	5,08	-3,5	53,15	51,28	-3,5
	0,03	0,10	2,2	0,01	0,08	3,3	0,01	0,11	4,1	0,38	0,19	3,6
4	6,44	6,25	-2,9	6,34	5,75	-9,2	6,62	6,16	-7,0	66,17	59,71	-9,8
	0,03	0,11	3,4	0,01	0,11	9,4	0,01	0,07	7,0	0,38	1,01	9,9
5	9,75	9,81	0,7	9,68	9,56	-1,2	10,11	10,01	-1,0	99,70	99,78	0,1
	0,03	0,31	3,4	0,01	0,26	3,0	0,01	0,22	2,4	0,39	0,55	0,7
6	96,65	94,06	-2,7	97,38	95,68	-1,7	101,8	101,1	-0,7	980,5	990,3	1,0
	0,15	1,44	3,1	0,12	1,77	2,6	0,13	1,57	1,7	0,85	1,86	1,0
7	506,0	486,8	-3,8	510,5	491,6	-3,7	533,5	520,7	-2,4	5129	5124	-0,1
	0,98	5,79	4,0	0,90	12,5	4,5	0,96	9,93	3,1	7,46	11,8	0,3
8	2085	2080	-0,2	2104	2113	0,4	2198	2202	0,2	21128	21130	0,0
	2,77	20,9	1,1	2,25	10,1	0,7	2,46	5,29	0,3	11,05	20,0	0,1

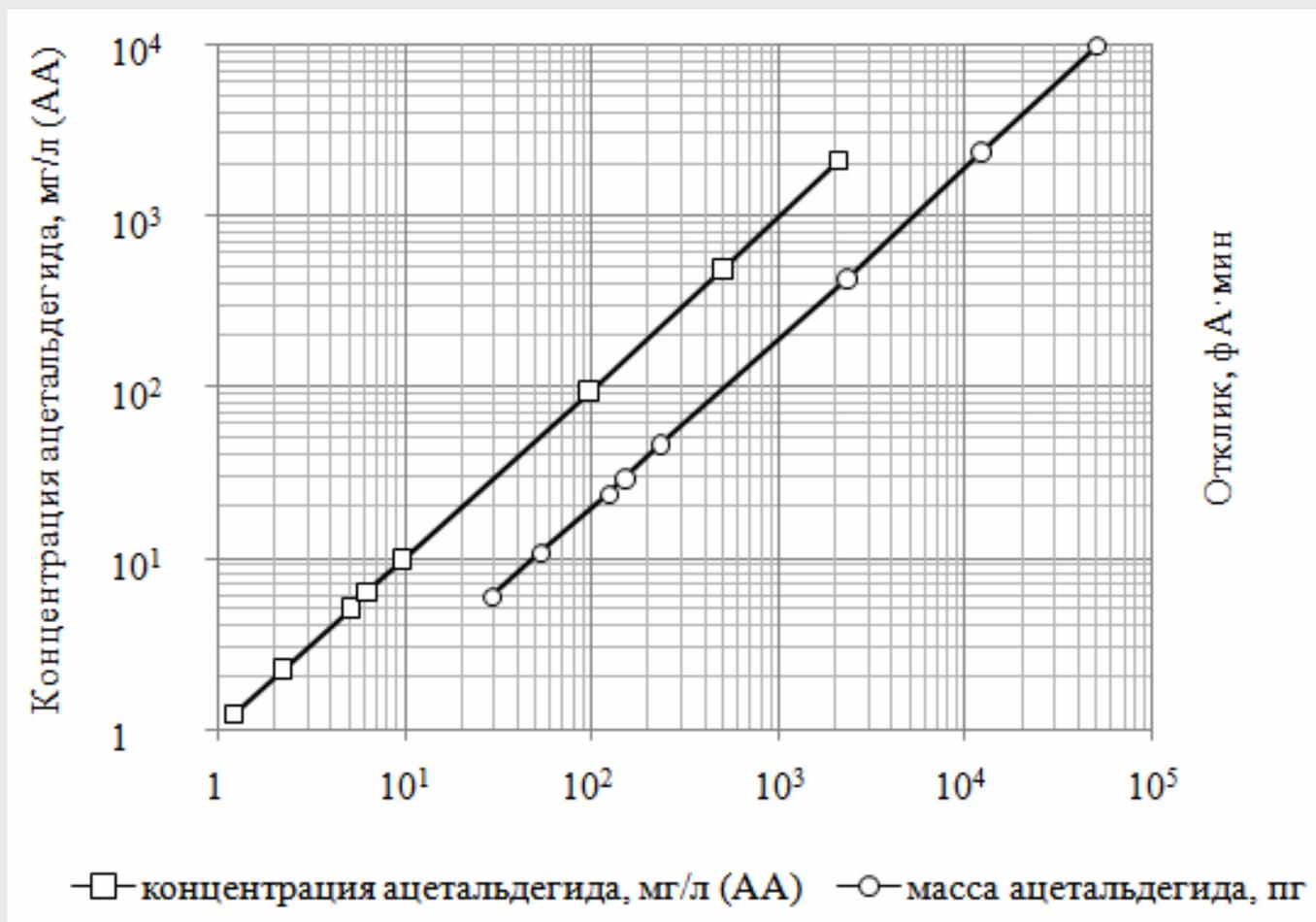


Результаты исследования СО

2-пропанол			1-пропанол			2-метил-1-пропанол			1-бутанол			3-метил-1-бутанол		
C st, u(C), mg/l	C exp, S(TO), mg/l	Δ, u, %												
2,45	2,55	4,0	1,13	1,15	1,8	1,08	1,08	-0,3	1,08	1,07	-0,7	1,12	1,08	-3,8
0,20	0,07	9,6	0,001	0,07	6,3	0,001	0,05	4,4	0,001	0,07	6,3	0,001	0,06	7,0
3,50	3,58	2,2	2,21	2,30	3,8	2,11	2,17	2,6	2,11	2,19	4,0	2,19	2,11	-3,5
0,20	0,10	6,8	0,005	0,10	5,8	0,005	0,09	5,3	0,005	0,13	7,5	0,005	0,13	7,1
6,49	6,55	1,0	5,29	5,36	1,4	5,05	5,11	1,2	5,03	5,15	2,3	5,22	5,24	0,4
0,20	0,08	3,5	0,01	0,13	2,9	0,01	0,10	2,3	0,01	0,11	3,3	0,01	0,17	3,4
7,81	7,53	-3,5	6,65	6,41	-3,6	6,34	6,12	-3,6	6,32	6,14	-2,9	6,57	6,30	-4,0
0,20	0,08	4,5	0,01	0,16	4,3	0,01	0,09	3,9	0,01	0,12	3,5	0,01	0,19	5,0
11,21	11,50	2,7	10,15	10,51	3,5	9,69	9,98	3,1	9,66	10,07	4,3	10,03	10,38	3,5
0,20	0,10	3,4	0,01	0,16	3,8	0,01	0,13	3,4	0,01	0,12	4,5	0,01	0,13	3,7
100,5	101,2	0,7	102,2	103,3	1,1	97,47	98,97	1,5	97,18	99,28	2,2	100,9	103,6	2,7
0,23	0,31	0,8	0,12	0,17	1,1	0,12	0,25	1,6	0,13	0,20	2,2	0,12	0,38	2,7
521,3	515,6	-1,1	535,6	530,8	-0,9	511,0	507,0	-0,8	509,5	506,0	-0,7	529,1	526,2	-0,5
0,90	0,57	1,1	0,90	0,55	0,9	0,88	0,95	0,8	0,93	1,82	0,8	0,90	2,50	0,7
2144	2139	-0,2	2207	2206	-0,1	2106	2107	0,1	2099	2104	0,2	2180	2187	0,3
2,08	5,04	0,3	2,10	2,28	0,2	2,14	3,61	0,2	2,43	6,81	0,4	2,12	11,0	0,6



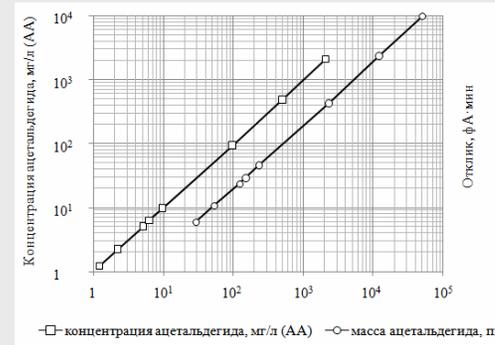
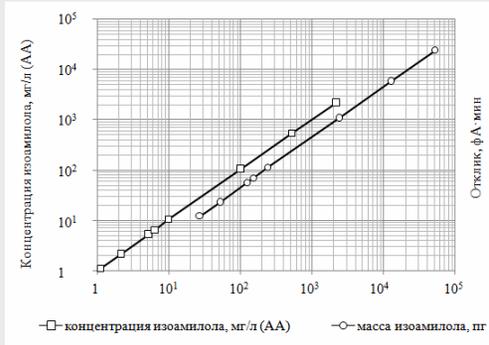
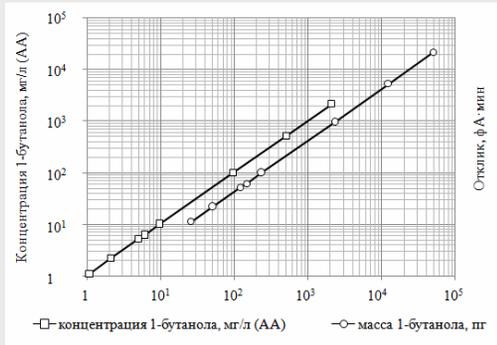
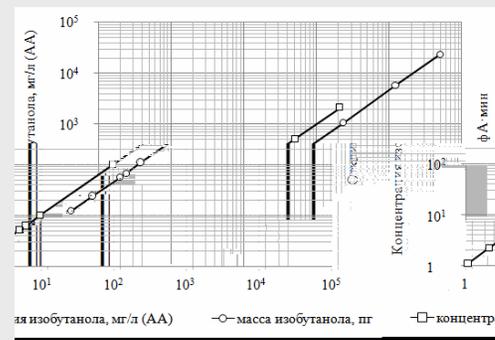
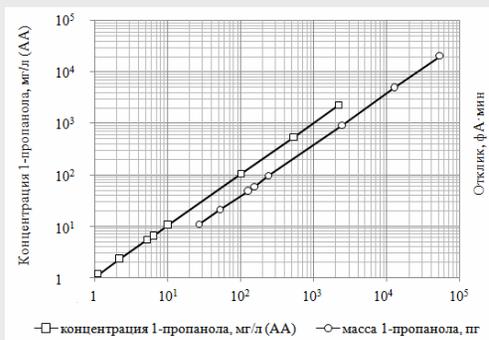
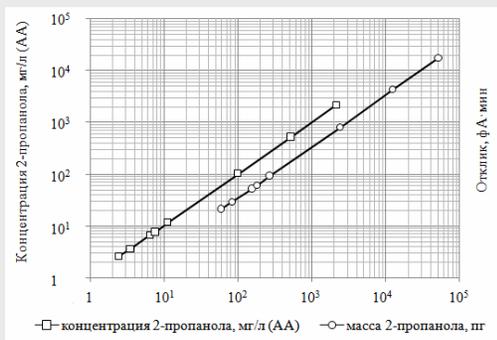
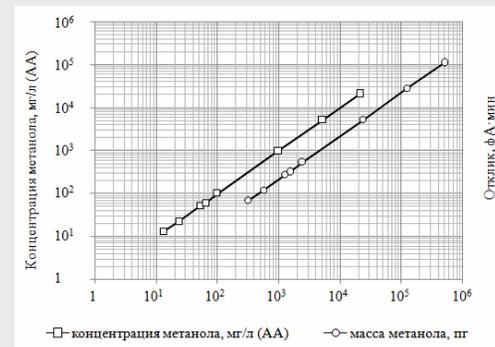
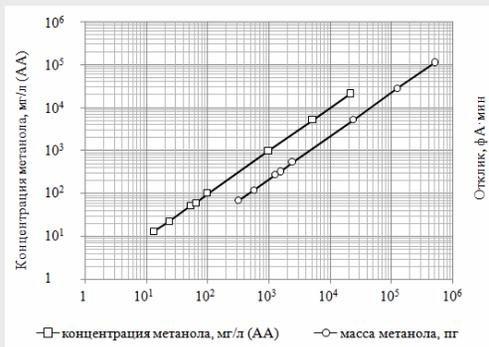
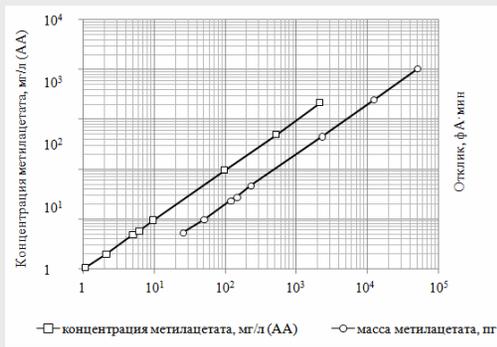
Результаты исследования СО



Зависимость отклика детектора и величина измеренной концентрации для ацетальдегида при изменении величины концентрации в смеси от 1,23 до 2085 мг на литр АА.



Результаты исследования СО



Зависимость отклика детектора и величина измеренной концентрации всех определяемых компонентов.



Проблемы ГОСТ Р 52363

На хроматографе по п.п. 4.4.4 ГОСТ Р 52363 сначала определяют содержание летучих органических компонентов в мг на литр анализируемого раствора и затем по п.п. 4.5.3 после измерения объемной доли этилового спирта ареометром АСп-1 по ГОСТ 3639 окончательные результаты измерений представляют в мг на литр безводного спирта.

Измерить с помощью ареометра АСп-1 или пикнометра по ГОСТ 3639 можно только эффективную плотность раствора. Определить по таблицам объемное содержание этанола для спирта-сырца, содержащего заметное количество высших спиртов, не представляется возможным, так как таблицы представлены только для бинарных водно-этанольных растворов.

Как следствие, по ГОСТ Р 52363 измеряют только «**видимую**» крепость, а не действительное объемное содержание этанола.



Корректное определение этанола и примесей для ГОСТ Р 52363

$$m = V \cdot \rho_T = V_W \cdot \rho_W + (V - V_W) \cdot \sum_{(i)} \rho_i \cdot C_i^* \quad (4)$$

$$\rho_T = \frac{V_W}{V} \cdot \rho_W + \left(1 - \frac{V_W}{V}\right) \cdot \sum_{(i)} \rho_i \cdot C_i^* = C_W \cdot \rho_W + (1 - C_W) \cdot \sum_{(i)} \rho_i \cdot C_i^* \quad (5)$$

$$\tilde{C}_i = RRF_i \cdot \frac{A_i}{A_{Eth}} \cdot \rho_{Eth} \quad (\text{mg/l AA}) \quad C_i^* = \left(\frac{\tilde{C}_i^*}{\rho_i} \right) / \left(\sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i^*}{\rho_i} \right) \quad (\text{ml/ml AA}) \quad (6)$$

$$C_W = \frac{\rho_T - \rho_{eff}}{\rho_W - \rho_{eff}} \quad (\text{ml/ml}) \quad C_i = \frac{C_i^*}{C_W + \sum_{(i)} \tilde{C}_i^*} \quad (\text{ml/ml}) \quad (7)$$

Достаточно измерения по ГОСТ Р 52363 и по ГОСТ 3639 правильно рассчитать.



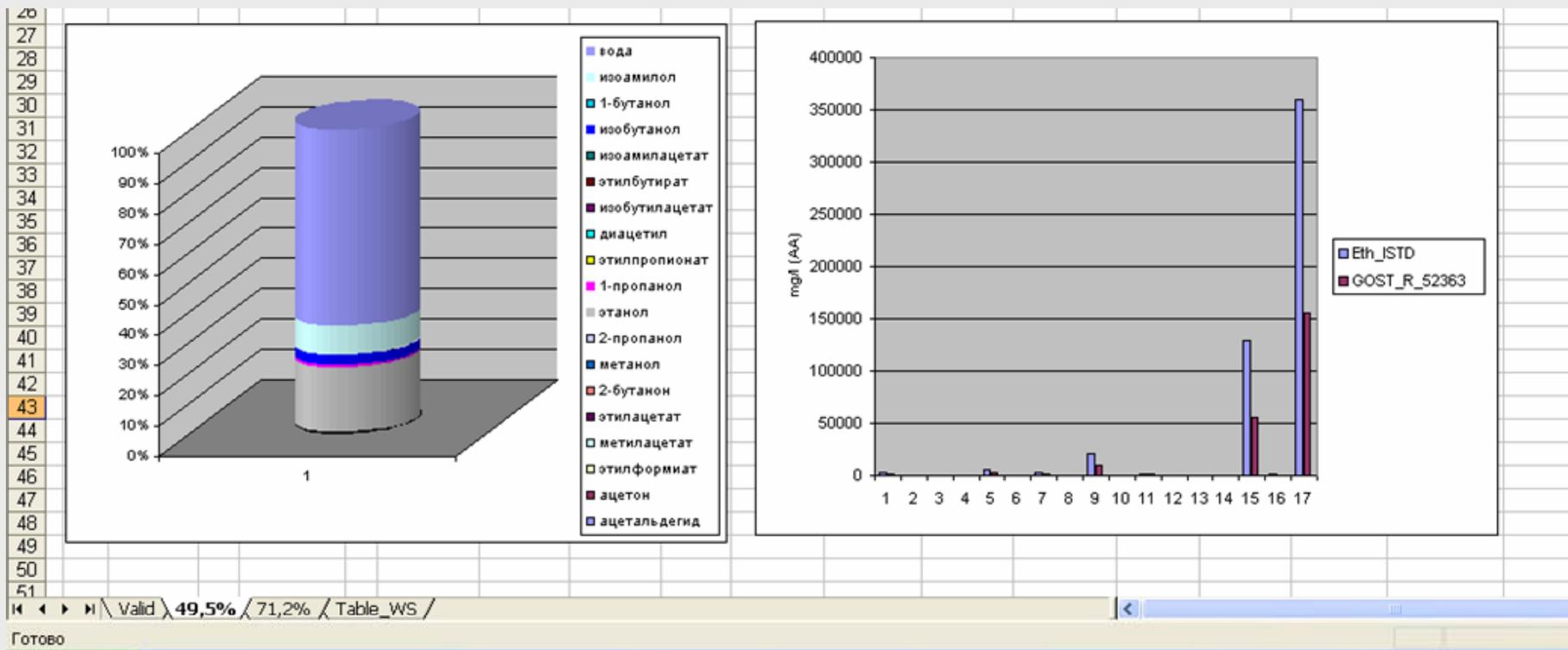
Прямое определение. Пример 1

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	
1																			
2								Standard Solution				Sample							GOST R 52363
3								Conc (SS)	Area (SS)	RF	RRF	Conc (SS)	Area (AS)	Concentr					Concentr
4		n/n	Component	Компонент	density, mg/l	mg/l (AA)	nA*min			Rfi/Rfe	mg/l (AA)	nA*min	mg/l (AA)	ml/ml (al)	ml/ml (sol)	mg/l (sol)	mg/l (AA)		
5	1	acetaldehyde	ацетальдегид	788000	1014	6,39	158,6	1,924			73,02	3286	0,00253	0,00089		705	1423		
6	2	aceton	ацетон	789900	1027	10,58	97,1	1,178			12,33	340	0,00026	0,00009		73	147		
7	3	ethyl formate	этилформиат	917000	1196	7,02	170,4	2,067				0	0,00000	0,00000		0	0		
8	4	methyl acetate	метилацетат	932000			0,0	0,000				0	0,00000	0,00000		0	0		
9	5	ethyl acetate	этилацетат	902000	3511	37,40	93,9	1,139			210,17	5597	0,00377	0,00133		1201	2424		
10	6	2-butanone	2-бутанон	805000	1053	13,28	79,3	0,962			0,37	8	0,00001	0,00000		2	4		
11	7	methanol	метанол	792800	6185	44,38	139,4	1,691			56,75	2243	0,00172	0,00061		481	972		
12	8	2-propanol	2-пропанол	785000	1027	10,80	95,1	1,153			4,75	128	0,00010	0,00004		28	56		
13	9	ethanol	этанол	789300	789300	9575,87	82,4	1,000			33760,38	789300	0,607	0,2146		169388			
14	10	1-propanol	1-пропанол	804000	1040	13,27	78,4	0,951			948,54	21083	0,01591	0,00563		4525	9132		
15	11	ethyl propionate	этилпропионат	890000	1287	12,17	105,7	1,283			1,54	46	0,00003	0,00001		10	20		
16	12	diacetyl	диацетил	980000	1274	2,85	447,6	5,430			13,70	1739	0,00108	0,00038		373	753		
17	13	isobutyl acetate	изобутилацетат	870000	1131	14,50	78,0	0,946			1,29	29	0,00002	0,00001		6	12		
18	14	ethyl butyrate	этилбутират	880000	1144	14,03	81,5	0,989				0	0,00000	0,00000		0	0		
19	15	isoamyl acetate	изоамилацетат	876000	1131	14,93	75,7	0,919			17,23	370	0,00026	0,00009		79	160		
20	16	isobutyl alcohol	изобутанол	802000	1040	15,88	65,5	0,795			6985,69	129763	0,09819	0,03472		27848	56203		
21	17	n-butanol	1-бутанол	810000	1053	14,95	70,4	0,855			49,49	989	0,00074	0,00026		212	428		
22	18	isoamyl alcohol	изоамилол	814000	1053	16,00	65,8	0,799			19287,57	360141	0,26851	0,09495		77288	155984		
23	19	water	вода	1000000												0,646	646381		
24	20	смесь	solution	928600							$m(wl)=$	1315063				928600			
25			Strenght, % (v/v)	49,5							$V(wl)=$	1,648	1,000000	1,000000		1857200			

Объемное содержание спирта, рассчитанное по спиртовым таблицам на основании данных ареометра и рассчитанное по предложенному методу составило 49,5 % и 21,5%, соответственно. Величины концентраций исследуемых примесей в ячейках R5:R22, рассчитанные по ГОСТ Р 52363, в данном случае в 2 раза меньше соответствующих величин в ячейках N5:N22, определенных по предложенному методу.



Прямое определение. Пример 1



Величины концентраций исследуемых примесей, рассчитанные по ГОСТ Р 52363, в данном случае в 2 раза меньше соответствующих величин, определенных по предложенному методу.



Прямое определение. Пример 2

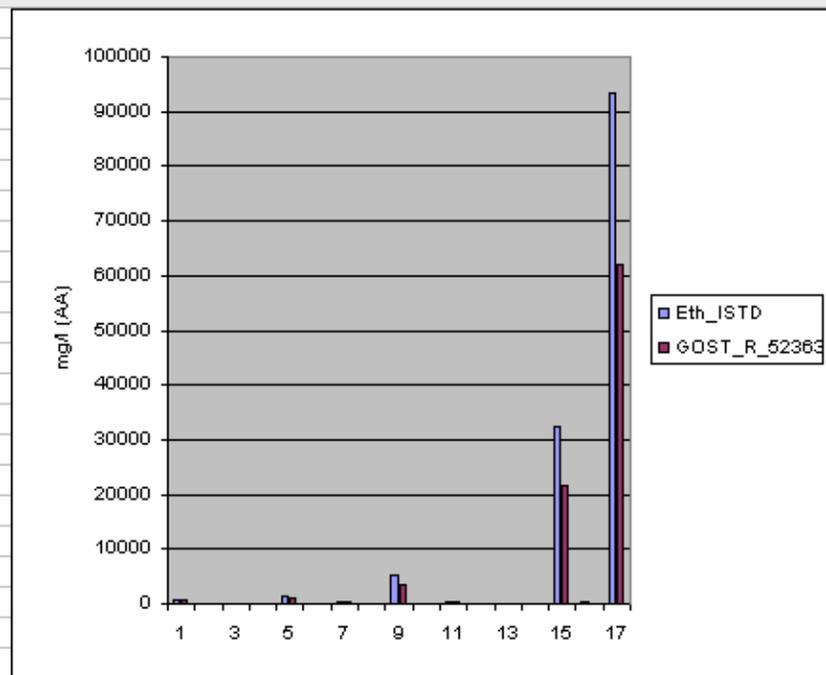
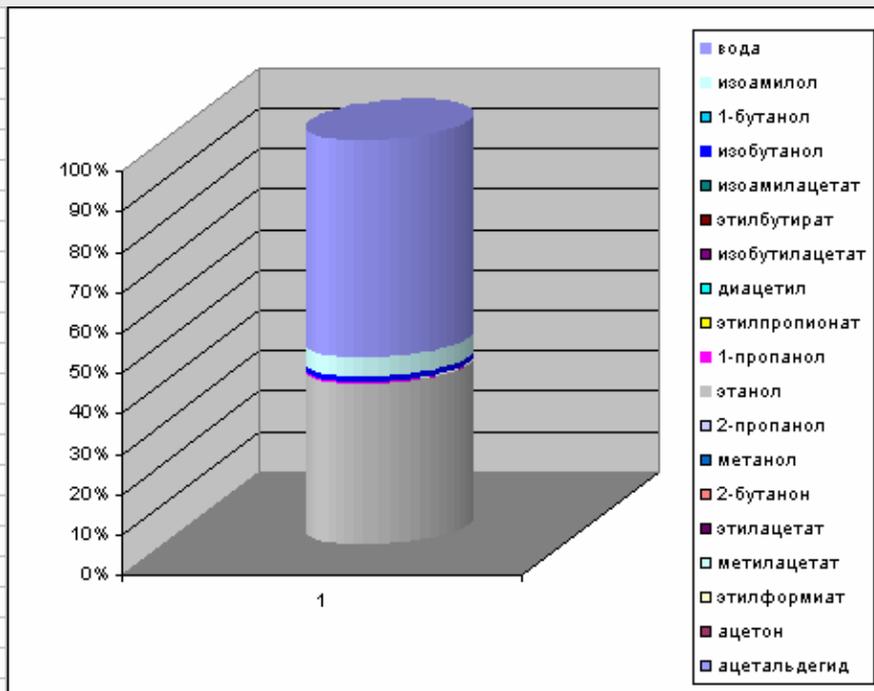
Standard Solution														Sample				GOST R 52363	
				Conc (SS)	Area (SS)	RF	RRF	Conc (SS)	Area (AS)	Concentr				Concentr					
n/n	Component	Компонент	density, mg/l	mg/l (AA)	nA*min		Rf/Rfe	mg/l (AA)	nA*min	mg/l (AA)	ml/ml (w)	ml/ml (sol)	mg/l (sol)	mg/l (AA)					
1	acetaldehyde	ацетальдегид	788000	1014	6,39	158,6	1,924		41,28	819	0,00089	0,00049	387	543					
2	acetone	ацетон	789900	1027	10,58	97,1	1,178		6,28	76	0,00008	0,00005	36	51					
3	ethyl formate	этилформиат	917000	1196	7,02	170,4	2,067			0	0,00000	0,00000	0	0					
4	methyl acetate	метилацетат	932000			0,0	0,000			0	0,00000	0,00000	0	0					
5	ethyl acetate	этилацетат	902000	3511	37,40	93,9	1,139		119,20	1400	0,00133	0,00073	661	928					
6	2-butanone	2-бутанон	805000	1053	13,28	79,3	0,962		0,34	3	0,00000	0,00000	2	2					
7	methanol	метанол	792800	6185	44,38	139,4	1,691		28,83	503	0,00054	0,00030	237	333					
8	2-propanol	2-пропанол	785000	1027	10,80	95,1	1,153		2,79	33	0,00004	0,00002	16	22					
9	ethanol	этанол	789300	789300	9575,87	82,4	1,000		76540,66	789300	0,858	0,472	372585						
10	1-propanol	1-пропанол	804000	1040	13,27	78,4	0,951		527,35	5170	0,00552	0,00304	2441	3427					
11	ethyl propionate	этилпропионат	890000	1287	12,17	105,7	1,283		0,68	9	0,00001	0,00000	4	6					
12	diacetyl	диацетил	980000	1274	2,85	447,6	5,430		6,57	368	0,00032	0,00018	174	244					
13	isobutyl acetate	изобутилацетат	870000	1131	14,50	78,0	0,946		0,84	8	0,00001	0,00000	4	5					
14	ethyl butyrate	этилбутират	880000	1144	14,03	81,5	0,989			0	0,00000	0,00000	0	0					
15	isoamyl acetate	изоамилацетат	876000	1131	14,93	75,7	0,919		10,46	99	0,00010	0,00005	47	66					
16	isobutyl alcohol	изобутанол	802000	1040	15,88	65,5	0,795		3951,38	32375	0,03463	0,01906	15282	21462					
17	n-butanol	1-бутанол	810000	1053	14,95	70,4	0,855		27,85	245	0,00026	0,00014	116	163					
18	isoamyl alcohol	изоампюл	814000	1053	16,00	65,8	0,799		11348,71	93467	0,09849	0,05420	44121	61962					
19	water	вода	1000000									0,450	449689						
20	смесь	solution	885800						m (w)=	923876			885800						
25		Strenght, % (v/v)	71,2						V (w)=	1,166	1,000000	1,000000	885800						

Объемное содержание спирта, рассчитанное по спиртовым таблицам на основании данных ареометра и рассчитанное по предложенному методу составило 71,2 % и 47,2%, соответственно. Величины концентраций исследуемых примесей в ячейках R5:R22, рассчитанные по ГОСТ Р 52363, в данном случае в 1,5 раза меньше соответствующих величин в ячейках N5:N22, определенных по предложенному методу.



Прямое определение. Пример 2

27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49



Объемное содержание спирта, рассчитанное по спиртовым таблицам на основании данных ареометра и рассчитанное по предложенному методу составило 71,2 % и 47,2%, соответственно. Величины концентраций исследуемых, рассчитанные по ГОСТ Р 52363, в данном случае в 1,5 раза меньше соответствующих величин, определенных по предложенному методу.



С. В. Черепица,
С. М. Бычков,
А. Н. Коваленко,
А. Л. Мазаник,
Н. М. Макоед,
А. С. Неверо,
Н. М. Селемина

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ВОДКИ И СПИРТА ЭТИЛОВОГО В РЕСПУБЛИКЕ БЕЛАРУСЬ: ПРОБЛЕМЫ И РЕШЕНИЯ

УДК 543.544:543.8

В работе проведен анализ существующей нормативной базы по обеспечению контроля качества и безопасности водки и спирта этилового в Республике Беларусь. Предложен новый методический подход, позволяющий, с одной стороны, существенно повысить уровень достоверности получаемых контролируемых данных, и, с другой стороны, значительно упростить саму процедуру выполнения измерений.

Analysis of the present standard base for safety and quality testing of vodka and ethanol in Belarus has been done. The new methodical approach that allows significantly increase reliability for resulting controlled data and to simplify procedure of measurement is proposed.

Производство, нелегальная продажа и последующее употребление некачественных водки и спирта этилового, являющегося одним из основных компонентов алкогольной продукции, должно все время находиться под пристальным вниманием государства. Это определяется следующими двумя важными обстоятельствами.

Во-первых, реализация алкогольной продукции облагается специальным налогом, акцизом, и доход от реализации алкогольной продукции определяет одну из основных статей наполнения республиканского бюджета.

Во-вторых, потребление некачественной алкогольной продукции представляет особую опасность для здоровья людей, приводит к преждевременной потере трудоспособности и смерти. Согласно данным Министерства здравоохранения и социального развития в Российской Федерации с начала этого века смертность от употребления фальсифицированной водки находится на уровне 35–37 тысяч человек в год /1,2/. Вероятно, такая же тенденция имеет место и в Республике Беларусь.

Показатели безопасности и качества водки и спирта этилового из пищевого сырья в Республике Беларусь регламентируются государственными стандартами СТБ 978-2003 «Водки. Общие технические условия» /3/ и СТБ 1334-2003 «Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия» /4/. Разработчиком данных стандартов является РУП «БелНИИ пищевых продуктов».

Концентрации исследуемых токсичных микропримесей – уксусного альдегида (ацетальдегида), метилового эфира уксусной кислоты (метилаце-

тата), этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата), изопропилового спирта (2-пропанола), пропилового спирта (1-пропанола), изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола), бутилового спирта (1-бутанола), изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола) – нормируются в мг на 1 литр безводного этилового спирта.

Концентрация метилового спирта (метанола), в качестве исключения, нормируется не в мг, а в объемных процентах на 1 литр безводного этилового спирта.

Методика выполнения измерений количественного содержания токсичных микропримесей регламентируется стандартом СТБ ГОСТ Р 51698-2001 «Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей» /5/. Разработан Техническим комитетом по стандартизации Российской Федерации ТК 175 «Спиртовая и ликероводочная продукция», Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии (ВНИИПБТ).

В соответствии с СТБ ГОСТ Р 51698-2001 газохроматографическое определение содержания токсичных микропримесей выполняется по абсолютной градуировке. Метод абсолютной градуировки обладает рядом недостатков.

Во-первых, необходимо выполнять градуировку по нескольким градуировочным смесям. В соответствии с СТБ ГОСТ Р 51698 лаборатории вынуждены производить закупки стандартных образцов растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте ГСО 8404-2003 и в водно-спиртовой смеси ГСО 8405-2003.

«Метрология и Приборостроение» №1, 2011г.



4th International Conference on Metrology

Jerusalem, Israel, May 23-24, 2011

ETHANOL AS INTERNAL STANDARD FOR DETERMINATION OF VOLATILE COMPOUNDS IN SPIRIT DRINKS BY GAS CHROMATOGRAPHY

Siarhei V. Charapitsa^a, Siarhei M. Bychkov^a, Anton N. Kavalenka^a, Nikita V. Kulevich^a, Nicolai M. Makoed^a, Arkadzi L. Mazanik^a, Inga Jarmalaite^b, Ricardas Golubevas^b

*^a Research Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University
POB 220089, Grushevskaya Str., 124, Minsk, Belarus
Tel/Fax: 375-172-26-2517, chere@inp.bsu.by*

*^b National Food and Veterinary Risk Assessment Institute,
POB T-08409J, Kairiukscio Str. 10, Vilnius, Lithuania
Tel: 370-527-80-480, Fax: 370-527-80-471, nmvrvi@vet.lt*

Abstract

The new methodical approach of using ethanol as internal standard in gas chromatographic analysis of volatile compounds in spirit drinks in daily practice of testing laboratories is proposed. This method provides determination of volatile compounds concentrations in spirit drinks directly expressed in milligrams per liter (mg/L) of absolute alcohol according to official methods without measuring of alcohol strength of analyzed sample. The experimental demonstration of this method for determination of volatile compounds in spirit drinks by gas chromatography is described.

Устный доклад на 4th International Conference on Metrology, Jerusalem, 23-24 May, 2011.



ХИМИЯ

УДК 543.544:543.8

*С. В. ЧЕРЕПИЦА¹, С. М. БЫЧКОВ¹, Н. И. ЗАЯЦ², А. Н. КОВАЛЕНКО¹, Н. В. КУЛЕВИЧ¹,
А. Л. МАЗАНИК¹, Н. М. МАКОЕД¹, В. В. ШМАНАЙ³*

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭТАНОЛА В КАЧЕСТВЕ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА
ПРИ КОЛИЧЕСТВЕННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ
ТОКСИЧНЫХ МИКРОПРИМЕСЕЙ В АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ**

(Представлено академиком О. А. Ивашкевичем)

¹*Институт ядерных проблем БГУ, Минск*

²*Белорусский государственный технологический университет, Минск*

³*Институт физико-органической химии НАН Беларуси, Минск*

Поступило 20.07.2011

Введение. В соответствии с действующими нормативными документами [1–4] аккредитованные испытательные лаборатории должны определять количественное содержание в алкогольных напитках следующих летучих токсичных соединений:

Основные результаты экспериментальных исследований опубликованы в журнале «Доклады НАН Беларуси», №1, 2012 г.



В работе проведен анализ существующей в мире нормативной базы по обеспечению контроля качества и безопасности алкогольной продукции. Представлены результаты экспериментальных исследований по определению метрологических характеристик ранее предложенного авторами нового методического подхода «этанол-ВС» в использовании этанола в качестве внутреннего стандарта при количественном определении содержания токсичных микропримесей в алкогольной продукции. Полученные результаты указывают на возможность разработки нового международного стандарта выполнения измерений, позволяющего, с одной стороны, существенно повысить уровень достоверности определяемых данных, с другой стороны, значительно упростить саму процедуру выполнения измерений. Разработанный метод «этанол-ВС» может быть легко внедрен в повседневную практику аналитических и контрольных лабораторий.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ В АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭТАНОЛА В КАЧЕСТВЕ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА

Научно-исследовательский институт ядерных проблем Белорусского государственного университета, г. Минск, Беларусь

С. В. Черепица, кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией аналитических исследований;

А. Н. Коваленко, научный сотрудник лаборатории аналитических исследований;

А. Л. Мазаник, старший научный сотрудник лаборатории аналитических исследований;

Н. М. Макоед, научный сотрудник лаборатории аналитических исследований;

С. Н. Сытова, кандидат физико-математических наук, ученый секретарь;

УО «Белорусский государственный технологический университет», г. Минск, Беларусь

Н. И. Заяц, кандидат технических наук, доцент кафедры физико-химических методов сертификации продукции;

Белорусский государственный университет, г. Минск, Беларусь

Н. В. Кулевич, студент физического факультета БГУ

Введение. Для обеспечения контроля качества и безопасности алкогольных напитков в соответствии с действующими нормативными документами [1–7] испытательные лаборатории во всем мире должны исследовать количественное содержание в алкогольных напитках следующих летучих токсичных соединений: ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, изобутиловый спирт, н-бутанол, изоамиловый спирт. Непосредственно на спиртовых заводах в промежуточных технологических продуктах контролируется существенно большее количество примесей в спиртосодержащих продуктах [6, 7]. Концентрация исследуемых примесей рассчитывается в миллиграммах на литр (мг/л) безводного спирта (абсолютного алкоголя — АА).

В нормативных документах большинства стран мира, например в США [1, 2], в странах Евросоюза [3], для количественных расчетов используется метод внутреннего стандарта (ВС). В качестве последнего может быть введен, например, 3-пентанол [1, 3] или н-бутанол [2]. В других странах, например в СНГ, количественные расчеты выполняются на основе метода внешнего стандарта (абсолютной градуировки — АГ) [4–7].

Метод внешнего стандарта является наиболее простым в реализации, однако его применение накладывает высокие требования на стабильность работы аппаратуры и постоянство объема

**Сравнительный анализ
официальных методов
испытаний, применяемых
в США, ЕС, СНГ и
предлагаемого нового
метода опубликован в
журнале «Пищевая
промышленность: наука
и технологии», №2, 2012 г.**



Прямое определение количественного содержания летучих органических примесей в спиртосодержащих отходах спиртового и ликероводочного производства

С. В. Черепица, канд. физ.-мат. наук; А. Н. Коваленко; Н. В. Кулевич;

А. Л. Мазаник; Н. М. Макоед; С. Н. Сытова, канд. физ.-мат наук

Институт ядерных проблем Белгосуниверситета, г. Минск

Н. И. Зяц, канд. техн. наук

Белорусский государственный технологический университет, г. Минск

Ключевые слова: спиртосодержащая и алкогольная продукция, этанол; внутренний стандарт; летучие компоненты; газовая хроматография
Key words: spirit drinks; ethanol; internal standard; volatile compounds; gas chromatography

Определение летучих органических примесей в головной фракции, концентрации головных примесей, промежуточной фракции и в спиртосодержащих отходах ликероводочного производства выполняется газохроматографическим методом в соответствии с ГОСТ Р 52363 [1]. Непосредственно результатом газохроматографических измерений является величина концентрации исследуемых примесей, выраженная в граммах на литр раствора испытуемого образца. Для получения величин концентраций, выраженных в граммах на литр безводного спирта (absolute alcohol — АА), требуется определить объемную долю этилового спирта в испытуемом образце. В ГОСТ Р 52363 нет указаний на метод, с помощью которого необходимо выполнять данную процедуру. На практике, как правило, определение объемного содержания этилового спирта выполняют ареометром по ГОСТ 3639 [2]. Однако данный метод распространяется только на бинарные водно-этанольные растворы. Содержание высших спиртов, входящих в состав сивушного масла испытуемых образцов, может доходить до 300 г на 1 л безводного спирта и такие растворы бинарными не являются. В таком случае определение объемного содержания этилового спирта ареометром приводит к большим ошибкам.

Величину возникающей ошибки можно оценить на следующем примере. Для простоты и наглядности предположим, что у нас имеется испытуемая смесь, состоящая из этанола с объемной концентрацией 48 %, изоамилола — 20 %

и воды — 32 %. Расчеты показывают, что плотность такой смеси составляет 860,7 г/л и массовая концентрация изоамилола составляет 161,8 г на 1 л раствора или 337,1 г на 1 л безводного спирта. Такой же плотностью будет обладать и бинарная водно-этанольная смесь с объемной долей этанола в 66,1 %. Как следствие, измерения объемной доли этилового спирта в испытуемой смеси, выполненные по ГОСТ 3639, дадут завышенное значение на 12,1 % (значение (66,1 % вместо 48 %). В то же время измерения в 66,1 % массовой концентрации примесей (сивушное масло), выполненные по ГОСТ Р 52363, дадут заниженное значение, равное 244,7 г на 1 л безводного спирта вместо истинного значения 337,1 г на 1 л безводного спирта. Наличие таких систематических завышений качественных параметров продукции ставит в неравное положение производителей и потребителей спиртосодержащей продукции.

Эффективное решение данной проблемы на практике может быть достигнуто с помощью прямого определения количественного содержания примесей в спиртосодержащей продукции на основе метода внутреннего стандарта (ВС) с использованием в качестве последнего этанола. В работах [3, 4] возможности предлагаемого метода были проанализированы для определения количественного содержания летучих органических соединений в алкогольной продукции и проведен анализ существующих регулирующих документов [5–10]. На примерах работы испытательных лабораторий по контро-

лю качества и безопасности алкогольной продукции в Республике Беларусь была показана высокая правильность, простота и эффективность по сравнению с [5–10] использования этанола в качестве ВС. Анализ полученных экспериментальных данных [4] показал, что относительная неопределенность измерения массовой концентрации испытуемых компонентов по предложенному методу этанол-ВС не превосходит 11 % в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-4–2002. Полученные результаты указывают на возможность разработки нового международного стандарта выполнения измерений, позволяющего, с одной стороны, существенно повысить уровень достоверности определяемых данных, а, с другой — значительно упростить саму процедуру выполнения измерений.

Теоретические основы метода. Основное отличие предложенного методического подхода, заключающегося в использовании этанола в качестве ВС от классического метода внутреннего стандарта состоит в следующем. В случае обычного метода ВС градуировка прибора заключается в экспериментальном определении относительных коэффициентов чувствительности детектора для каждого i -го исследуемого компонента относительно ВС. Численные значения этих коэффициентов RF_i определяются из хроматографических данных измерений аттестованных смесей с известным содержанием исследуемых i -х компонентов и вещества ВС по следующей формуле

$$RF_i = \frac{A_{iN}^n}{A_i^n} \cdot \frac{C_N^n}{C_i^n} = \frac{A_{iN}^{int} C_N^{int}}{A_i^{int} C_i^{int}}, \quad (1)$$

где A_{iN}^n и A_i^n — площади хроматографических пиков i -го компонента и внутреннего стандарта, соответственно, C_i^n и C_N^{int} — концентрации i -го компонента и внутрен-

Российская Федерация,
издательство «Пищевая
промышленность»,
журнал «Производство
спирта и ликероводочных
изделий», №3, 2012 г.



Важно:

На сегодняшний день все производственные и испытательные лаборатории спирт- и ликероводочных заводов, ЦГЭиОЗ, ЦСМС имеют возможность проводить анализы по прямому определению количественного содержания примесей в алкогольной и спиртосодержащей продукции в пересчете на безводный спирт.



Файл Правка Вид Инструменты Окна Помощь

100/132

Сигналы Слои GX инструмент Свойства Хроматограмма Калькулятор

Градирочная	носители	Градирочная	центра	LOG	формул	a	b	c	d	СКО	ОСКО, %	R²
1	ацетальдегид	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	1,7759	0	2,597E-006	0,41348	0,99998
2	ацетон	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,87397	0	1,9388E-005	3,0476	0,999
3	этилформиат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	1,357	0	2,9815E-005	4,0245	0,99827
4	этилацетат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,83075	0	5,2995E-006	0,24374	0,99999
5	метанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	1,2143	0	1,0594E-005	0,27588	0,99999
6	2-бутанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,66919	0	4,634E-007	0,071047	1
7	2-пропанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,82286	0	9,3426E-007	0,14686	1
8	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	$y = c \cdot x$	0	0	151,42	0	9312,5	1,1798	0
9	этилпропионат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,90991	0	4,9261E-006	0,6179	0,99996
10	диацетил	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	1,3286	0	3,7262E-006	0,47217	0,99998
11	изобутилацетат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,68658	0	1,3418E-006	0,19152	1
12	1-пропанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,66949	0	4,9643E-005	7,7056	0,99357
13	этилбутират	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,73737	0	5,2915E-005	7,4672	0,99396
14	2-метил-1-пропанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,5772	0	1,1554E-006	0,17934	1
15	изоамилацетат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,6671	0	7,966E-007	0,1137	1
16	1-бутанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,62949	0	1,4695E-006	0,22529	0,99999
17	3-метил-1-бутанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,58672	0	9,8628E-007	0,14815	1
18	1-пентанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн	$y = c \cdot x$	0	0	0,60759	0	1,2424E-006	3,7688	0

Слой	Вкл	A/Astd	C/Cstd
1	94	7,5419E-006	1,4070E-005
2	93	8,0359E-006	1,4076E-005
3	98	7,9669E-005	0,00014114
4	99	8,2389E-005	0,00014114
5	104	0,00069827	0,0012421
6	103	0,00070024	0,0012421

$C/C\ std ((A/A\ std)) = (1,7758754 \cdot (A/A\ std)) + 2,597$
 $R^2 = 0,999981472$

№	Название	t _{мин}	A _п :мин	H _п :A	T...	С, мг/л	Масс %	Цвет	Мол %	Титр г/л	Моля
1	ацетальдегид	6,109	0,42172	11,62200		111,67149	111,40000		601,90000	0,00000	0,0
2	ацетон	7,037	0,84594	19,60592		110,23980	112,80000		609,60000	0,00000	0,0
3	этилформиат	7,084	0,60853	14,61315		123,13004	131,40000		710,00000	0,00000	0,0
4	этилацетат	7,937	3,07083	49,25100		380,38720	385,60000		2083,60000	0,00000	0,0
5	метанол	8,073	3,80621	72,61285		689,12456	679,30000		3671,20000	0,00000	0,0
6	2-бутанол	8,321	1,15494	20,17366		115,24040	115,70000		625,40000	0,00000	0,0
7	2-пропанол	8,549	0,92032	14,74393		112,91815	112,80000		610,00000	0,00000	0,0
8	этанол	8,748	293,48009	6038,92786		9300,00000	9300,00000		9300,00000	0,00000	0,0
9	этилпропионат	9,458	1,00292	14,65266		136,07072	141,40000		764,30000	0,00000	0,0
10	диацетил	10,033	0,69222	8,39744		137,13573	140,00000		756,60000	0,00000	0,0
11	изобутилацетат	11,031	1,21369	14,56614		124,25033	124,20000		671,70000	0,00000	0,0
12	1-пропанол	11,780	1,16634	17,34700		116,43160	114,30000		617,70000	0,00000	0,0

Канал	Сигнал	+/-	Виден	Цвет	Стиль	Толщина	Изменён	Оператор	Защита	Сценарий	Образец	Режим	Название
100	1	ПИД1	☑	☐		0	18:48:34 02.05.2012	Nick	☐				ГСП-2 с 1-пентанолом 1/2 - control
101	1	ПИД1	☑	☐		0	19:18:04 02.05.2012	Nick	☐				ГСП-2 с 1-пентанолом 2/2 - control

SergC

Сигнал Л.м. Время П.м. Сигнал П.м. Время П.м. Сигнал Фрагм. dX

Канал 1 5,95 0,0136 20,80 0,0164 14,846 72

В интернете готовые шаблоны выполнения измерений в свободном доступе здесь www.inp.bsu.by/labs/lar/eis.html



2006 г.			Гомель				СЗ		РусТест		вещество	К отн	ОСКО, %
Хроматэк ГСПС	Хроматэк ГСПВ	Хроматэк ГСПВ	Тамбов ГСПС	Тамбов РВ	Тамбов РВ	Тамбов РС	ЦСМС РВ	Лынтупы РС	С.Пет. РВ				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
0,596	0,634	0,637	0,649							1-пентанол	0,63	3,6	
0,775	0,814	0,783	0,748	0,763	0,760	0,802	0,757	0,773	0,803	1-пропанол	0,77	2,8	
0,715	0,734	0,725	0,642							2-бутанол	0,70	6,0	
0,815	0,875	0,826	0,766							2-бутанон	0,82	5,4	
0,972	0,953	1,002	0,968	0,916	0,927	0,921	0,975	0,997	0,803	2-пропанол	0,94	6,1	
1,114	1,532	1,584	1,403	1,506	1,636	1,524	1,672	1,596	1,622	ацетальдегид	1,52	10,7	
0,943	1,063	1,003	0,947							ацетон	0,99	5,7	
0,535	0,439	0,482	0,527							бензалкоголь	0,50	9,0	
0,550	0,591	0,589	0,577							бензальдегид	0,58	3,3	
0,646	0,655	0,657	0,673	0,690	0,705	0,699	0,685	0,760	0,718	бутанол	0,69	5,0	
0,575	0,616	0,630	0,634							гексанол	0,61	4,4	
0,727	0,652	0,684	0,826							диэтилфталат	0,72	10,4	
0,581	0,595	0,599	0,613	0,656	0,648	0,686	0,616	0,671	0,660	изоамилол	0,63	5,8	
0,620	0,641	0,631	0,631	0,642	0,650	0,686	0,609	0,695	0,664	изобутанол	0,64	4,3	
0,804	0,971	0,870	0,785							изобутилацатат	0,86	9,8	
0,829	1,035	0,902	0,942							кротональдегид	0,93	9,3	
1,302	1,294	1,297	1,351	1,335	1,337	1,425	1,325	1,286	1,414	метанол	1,34	3,6	
1,485	1,770	1,625	1,523	1,722	1,901	1,767	1,929	1,544	1,712	метилацетат	1,70	9,0	
0,562	0,482	0,494	0,594							фенилалкоголь	0,53	10,1	
144,7	85,21	91,39	172,9	102,3	67,36	142,5	79,23	42,47	79,37	этанол	100,74	40,0	
1,178	1,101	1,101	1,125	0,940	1,164	1,102	1,207	1,050	1,228	этилацетат	1,12	7,0	
0,782	0,945	0,869	0,791							этилбутират	0,85	9,0	

Анализ экспериментальных данных указывает на возможность табулирования относительных коэффициентов (RRF) даже для разных приборов.

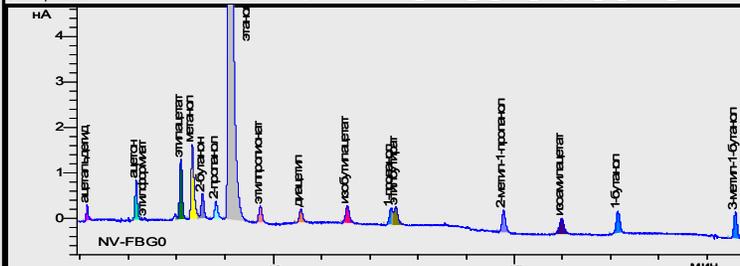


Производственная лаборатория
филиала ОАО «Росспиртпром» «Ликероводочный завод «Чебоксарский»
Адрес: 426018, Чувашская Республика, г. Чебоксары, ул. К. Иванова, 63.



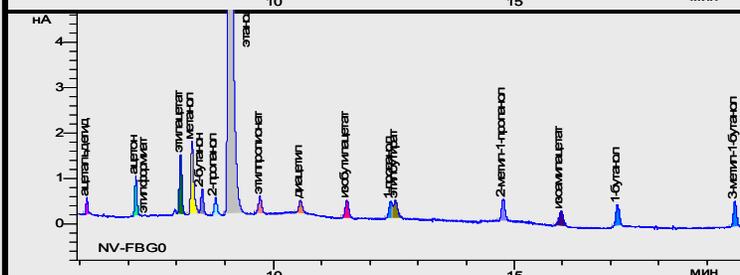
Протокол испытаний

Имя 1-го измерения: NV-FBG01 - ГСП-3 № 1
Имя 2-го измерения: NV-FBG02 - ГСП-3 № 2
Имя файла: C:\UniChrom\Чебоксарский ЛВЗ\KGPP_Ethanol_as_ISTD_Template_for_ChLVZ_rus.uwb



1-ое измерение

Комментарии:



2-ое измерение

Комментарии:

№ слоя-измерения	90		91		Контроль повторяемости		Контроль правильности		92		ИИ	ИНА
	C1, мг/л	C2, мг/л	Сер, мг/л	Δ, %	Criteria	Δ lim, %	C, мг/л	Δ, %	Criteria	Δ lim, %		
ацетальдегид	10810,49	10659,63	10735,06	1,4	Ok!	10	10143,00	5,8	Ok!	10		
ацетон	9965,40	10038,71	10002,06	0,7	Ok!	10	10273,00	-2,6	Ok!	10		
этилформиат	11353,62	11170,21	11261,92	1,6	Ok!	10	11963,00	-5,9	Ok!	10		
этилацетат	34921,86	33386,66	34154,26	4,5	Ok!	10	35109,00	-2,7	Ok!	10		
метанол	59709,52	58139,58	58924,55	2,7	Ok!	10	61854,00	-4,7	Ok!	10		
2-бутанол	10063,29	9638,34	9850,81	4,3	Ok!	10	10533,00	-6,5	Ok!	10		
2-пропанол	10451,56	9619,01	10035,28	8,3	Ok!	10	10273,00	-2,3	Ok!	10		
этанол	789300	789300	789300	0,0	Ok!	10	789300	0,0	Ok!	10		
этилпропионат	12180	11535	11857,49	5,4	Ok!	10	12873,00	-7,9	Ok!	10		
диацетил	12519	11753	12136,32	6,3	Ok!	10	12743,00	-4,8	Ok!	10		
изобутилацетат	11082	10952	11016,72	1,2	Ok!	10	11313,00	-2,6	Ok!	10		
1-пропанол	11197,30	10480,83	10839,07	6,6	Ok!	10	10403,00	4,2	Ok!	10		
этилбутират	10505,68	11250,94	10878,31	6,9	Ok!	10	11443,00	-4,9	Ok!	10		
2-метил-1-пропанол	10256,81	10271,50	10264,16	0,1	Ok!	10	10403,00	-1,3	Ok!	10		
изоамилацетат	11913,13	11300,66	11606,89	5,3	Ok!	10	11313,00	2,6	Ok!	10		
1-бутанол	10642,18	10097,17	10369,67	5,3	Ok!	10	10533,00	-1,6	Ok!	10		
3-метил-1-бутанол	10841,00	10344,27	10492,64	2,8	Ok!	10	10533,00	-0,4	Ok!	10		
метанол (% v/v)	7,5315	7,3334	7,4325	2,7	Ok!	10	7,8020	-4,7	Ok!	10		
Сивушные масла	53188,85	50812,78	52000,82	4,6	Ok!	10	52145,00	-0,3	Ok!	10		
Сложные эфиры	91955,80	89595,39	90775,59	2,6	Ok!	10	94014,00	-3,4	Ok!	10		
Уксусный альдегид	10810,49	10659,63	10735,06	1,4	Ok!	10	10143,00	5,8	Ok!	10		

Начальник службы: _____ Ефимова М.В. 3
Оператор: _____ Котов Ю.Н. 6

Готовый шаблон по методу внешнего стандарта, по которому выполняют анализ в странах СНГ в соответствии с ГОСТ Р 51698 и ГОСТ Р 52363.

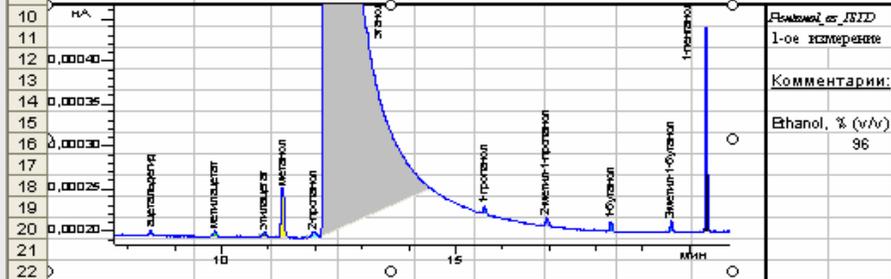




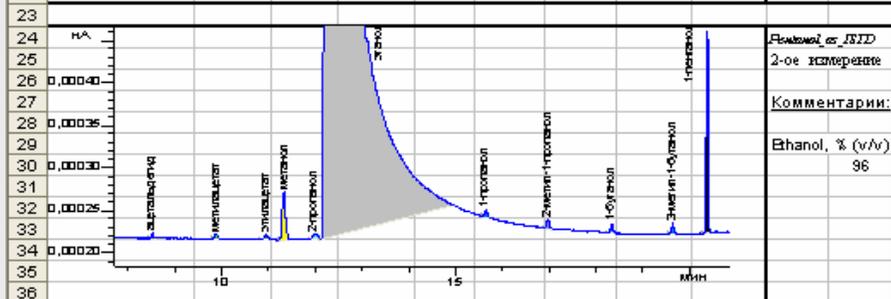
Бобруйское РУП "ГИДРОЛИЗНЫЙ ЗАВОД"
 ЦЗЛ-ОТК
 Аттестат аккредитации № ВУ/112 02.2.0.2948 до 29.12.2014г.
 213827, РБ, Могилевская обл., г.Бобруйск, ул.Чехова, 54




Имя 1-го измерения: 20120304-152047453 - VCC-1 (2 mg/L) - 1st measurement
 Имя 2-го измерения: 20120304-103444054 - VCC-1 (2 mg/L) - 2nd measurement
 Имя файла: \\Sback\obscure\B\Com\Bence\3\3-05-34_Белвошхимпром\IS (1-пентанол)_and_ES_and_Ethanol-
 IS\TD_Examples_BHP_BSLU_1_14_100_(PentIS_BHP)_rus.mwb



Результат от ГИД
 1-ое измерение
 Комментарии:
 Ethanol, % (v/v)
 96



Результат от ГИД
 2-ое измерение
 Комментарии:
 Ethanol, % (v/v)
 96

№: случай/мерени	Контроль повторяемости						Контроль правильности			
	C1, мкг	C2, мкг	Ср, мкг	Δ, %	С/критер	Δ lin, %	C, мкг	Δ, %	С/критер	Δ lin, %
39	2,30	2,68	2,42	8,4	ОК	15	2,22	3,3	ОК	15
40	2,38	2,66	2,47	8,4	ОК	15	2,28	3,0	ОК	15
42	2,18	2,22	2,18	4,4	ОК	15	2,17	0,6	ОК	15
43	26,03	26,23	26,13	0,3	ОК	15	24,88	0,8	ОК	15
44	3,30	3,80	3,46	3,8	ОК	15	3,88	-4,6	ОК	15
46	2,04	2,28	2,16	10,0	ОК	15	2,03	3,3	ОК	15
47	2,08	2,06	2,06	0,7	ОК	15	2,08	-0,4	ОК	15
48	2,18	2,24	2,22	2,2	ОК	15	2,11	4,8	ОК	15
49	2,17	2,23	2,20	2,8	ОК	15	2,11	4,2	ОК	15
50	0,0032	0,0032	0,0032	0,3	ОК	15	0,0031	0,8	ОК	15
51	11,76	12,38	12,07	6,1	ОК	10	12,06	0,1	ОК	15
52	4,52	4,73	4,66	6,6	ОК	15	4,46	4,3	ОК	15
53	2,30	2,53	2,42	8,4	ОК	15	2,22	3,3	ОК	15
54	27,13	27,13	27,13	0,0	ОК	10	27,13	0,0	ОК	10

Анализ проводил (ф):
 Начальник ЦЗЛ-ОТК:

* Возможные совпадения имен, фамилий и названий учреждений являются чисто случайными

Готовый шаблон по методу внутреннего стандарта (1-пентанол), по которому выполняют анализ в странах Евросоюза, США и т.д.



Бобруйское РУП "ГИДРОЛИЗНЫЙ ЗАВОД"

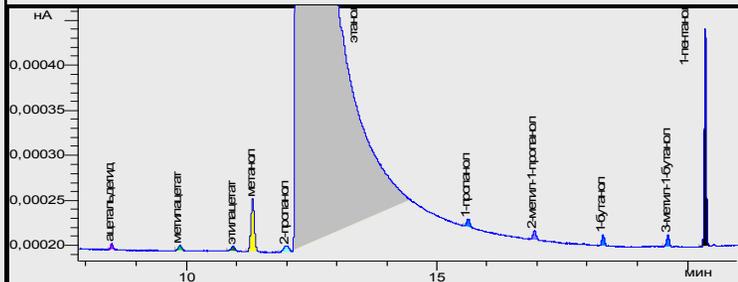
ЦЗЛ-ОТК

Аттестат аккредитации № ВУ/112 02.2.0.2948 до 29.12.2014г.

213827, РБ, Могилевская обл., г.Бобруйск, ул.Чехова, 54



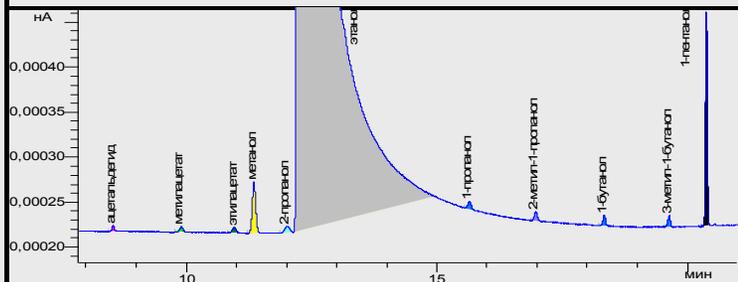
Имя 1-го измерения: 20120306-152047453 - VCC-1 (2 mg/L) - 1st measurement
 Имя 2-го измерения: 20120306-163444984 - VCC-1 (2 mg/L) - 2nd measurement
 Имя файла: T:\Conferences\2012-08-24_Белоспичепром\IS(1-pentanol)_and_ES_and_Ethanol-ISTD_Examples_BHP_BSU_1_10_100_(Pent-IS_BHP)_rus.uwb



Ethanol_as_ISTD

1-ое измерение

Комментарии:



Ethanol_as_ISTD

2-ое измерение

Комментарии:

Готовый шаблон прямого определения компонентного состава с использованием этанола в качестве внутреннего стандарта.

№ слоя-измерения	Контроль повторяемости					Контроль правильности				
	146	147	148	ИЛИ		148	ИЛИ		ИЛИ	
Компонент	C1, мг/л	C2, мг/л	Ср, мг/л	Δ, %	Criteria	Δ lim, %	C, мг/л	Δ, %	Criteria	Δ lim, %
ацетальдегид	2,30	2,50	2,40	8,3	Ок!	15	2,22	7,9	Ок!	15
метилацетат	2,39	2,52	2,45	5,3	Ок!	15	2,29	7,1	Ок!	15
этилацетат	2,12	2,19	2,16	3,4	Ок!	15	2,17	-0,3	Ок!	15
метанол	25,02	24,94	24,98	0,3	Ок!	15	24,96	0,1	Ок!	15
2-пропанол	3,43	3,56	3,49	3,8	Ок!	15	3,69	-5,4	Ок!	15
этанол	789300	789300	789300	0,0	Ок!		789300	0,0	Ок!	
1-пропанол	2,12	2,23	2,17	4,8	Ок!	15	2,08	4,5	Ок!	15
2-метил-1-пропанол	2,14	2,10	2,12	1,8	Ок!	15	2,06	2,9	Ок!	15
1-бутанол	2,28	2,21	2,24	3,0	Ок!	15	2,11	6,3	Ок!	15
3-метил-1-бутанол	2,26	2,20	2,23	2,6	Ок!	15	2,11	5,5	Ок!	15
метанол (% v/v)	0,0032	0,0031	0,0032	0,3	Ок!	15	0,0031	0,1	Ок!	15
Сивушные масла	12,22	12,30	12,26	0,6	Ок!	10	12,06	1,7	Ок!	10
Сложные эфиры	4,51	4,71	4,61	4,4	Ок!	15	4,46	3,5	Ок!	15
Уксусный альдегид	2,30	2,50	2,40	8,3	Ок!	15	2,22	7,9	Ок!	15
1-пентанол	27,80	27,50	27,65	1,1	Ок!	10	27,13	1,9	Ок!	10

Анализ проводил(а): _____ *Макоед С.Ф.* 7

Начальник ЦЗЛ-ОТК: _____ *Лесковец О.П.* 4

* Возможные совпадения имен, фамилий и названий учреждений являются чисто случайными.



Преимущества предлагаемого метода

1. Одна градуировка для всех видов этанолсодержащей продукции.
2. Определение устойчивых относительных коэффициентов отклика RRF (табулируемых) вместо абсолютных коэффициентов отклика RF.
3. Применение контрольного образца с целью упразднения необоснованно частых градуировочных процедур.
4. Отсутствие дополнительных измерений объемного содержания этилового спирта в образце.
5. Возможность унификации анализа для разных моделей приборов.

Техническая поддержка:
моб. +375-296-51-33-91 (V)
e-mail: chere@inp.bsu.by



Спасибо за Ваше внимание !