

# **Руководство пользователя**

по подготовке и проведению хроматографического анализа  
по определению количественного содержания токсичных  
микропримесей в водке и спирте этиловом (ГОСТ Р 51698)

Использование этанола в качестве внутреннего стандарта



## Содержание

|  |    |
|--|----|
| 1. Общие требования.....   | 4  |
| 1.1. Введение.....   | 4  |
| 1.2. Диапазон определяемых концентраций.....                             | 4  |
| 1.3. Оборудование для проведения анализа.....                            | 4  |
| 1.3.1. Хроматографическое оборудование.....                              | 4  |
| 1.3.3. Реактивы для проведения анализа.....                              | 4  |
| 2 Подготовка к работе.....   | 4  |
| 2.1. Приготовление градуировочных смесей для анализа спирта и водок..... | 5  |
| 3 Подготовка хроматографа. Запуск программы UniChrom.....                | 5  |
| 3.1. Включение хроматографа.....   | 5  |
| 3.2. Задание режима анализа хроматографа.....                            | 5  |
| 3.2.1. Условия хроматографического анализа.....                          | 5  |
| 4 Градуировка хроматографа.....  | 9  |
| 4.1. Ввод пробы и запись первой хроматограммы.....                       | 9  |
| 4.1.1. Техника ввода пробы микрошприцем.....                             | 9  |
| 4.1.2 Запись хроматограммы.....  | 10 |
| 5 Построение градуировок.....  | 10 |
| 5.1. Построение относительных градуировок.....                           | 10 |
| 6 Расчет концентраций.....   | 15 |
| 6.1. Расчет концентраций по градуировке.....                             | 15 |
| 7 Итоговый отчет.....  | 16 |
| 7.1. Получение итогового отчета встроенными средствами UniChrom.....     | 16 |
| 7.2. Получение итогового отчета средствами MS Excal.....                 | 16 |

# 1. Общие требования

## 1.1. Введение

Настоящее руководство является методическим пособием для определения содержания токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом из пищевого сырья в соответствии с ГОСТ Р 51698. Определяемые компоненты: метиловый спирт, уксусный альдегид, метилацетат, этилацетат, пропанол-2, пропанол-1, изобутанол, н-бутанол, изоамиловый спирт.

## 1.2. Диапазон определяемых концентраций

Диапазон измеряемых объемных долей метилового спирта составляет от 0,0001 до 0,1%, массовых концентраций остальных токсичных микропримесей – 0,5 до 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

## 1.3. Оборудование для проведения анализа

### 1.3.1. Хроматографическое оборудование

- Хроматограф газовый Кристалл5000 или аналог,
- ПИД с испарителем капиллярным,
- ПО UniChrom,
- Генератор водорода для питания детектора ПИД водородом.
- Компрессор для питания детектора ПИД воздухом.
- Колонка кварцевая капиллярная длиной 50-60 м внутренним диаметром 0,53 мм с нанесенной неподвижной полярной фазой типа Wax толщиной 0,5 – 1.0 мкм.

### 1.3.3. Реактивы для проведения анализа

- Государственные стандартные образцы (ГСО № 8404-2003) состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте.
- Государственные стандартные образцы (ГСО № 8405-2003) состава растворов токсичных микропримесей в вводно-спиртовой смеси.
- Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.
- Альдегид уксусный технический ТУ 38.402-62-148-94\*.
- Метанол-яд для хроматографии, х.ч. ТУ 6-09-1709-77\*.
- Ацетон по ГОСТ 2603-79.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652-2000.
- Метилацетат (метиловый эфир уксусной кислоты) для хроматографии, х.ч. ТУ 6-09-300-87\*.
- Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты) для хроматографии, х.ч. ТУ 6-09-667-76\*.
- 1-Пропанол для хроматографии, х.ч. ТУ 6-09-783-76\*.
- Спирт изобутиловый ГОСТ 6016-77\*.
- 2-Пропанол для хроматографии, х.ч. ТУ 6-094522-77\*.
- 1-Бутанол для хроматографии, х.ч. ТУ 6-09-4708-77\*.
- Спирт изоамиловый ГОСТ 5830-79\*.

\*) – реактивы необходимы для приготовления градуировочных смесей. При использовании готовых стандартных образцов для градуировки реактивы не нужны.

## 2 Подготовка к работе

Перед проведением анализов необходимо ознакомиться с руководствами по эксплуатации на хроматограф и ПО UniChrom.

## 2.1. Приготовление градуировочных смесей для анализа спирта и водок

Рекомендуется использовать готовые градуировочные смеси определяемых веществ. При отсутствии готовых аттестованных градуировочных смесей определяемых веществ в спирте и водках смеси готовят согласно п.4.3.4. ГОСТ Р 51698.

## 3. Подготовка хроматографа. Запуск программы UniChrom

### 3.1. Включение хроматографа

Включают компьютер, затем включают хроматограф и сопряженные с ним устройства.

Включают генератор водорода и компрессор.

Подают питание газа-носителя в хроматограф. Для этого открывают вентиль баллона с газом носителем (против часовой стрелки). Поворотом вентиля редуктора по часовой стрелке устанавливают давление газа-носителя в диапазоне 0,4 – 0,44 МПа.

При первом включении проводят настройку подключения прибора и создают рабочий проект. Настройку проводят с помощью мастера создания нового соединения, более подробно информация приведена в Руководстве пользователя UniChrom.

Обычно эти действия выполняют при пуско-наладке или первичной настройке оборудования под задачу.

### 3.2. Задание режима анализа хроматографа

#### 3.2.1. Условия хроматографического анализа

Условия хроматографического анализа, как правило, оптимизируются непосредственно для конкретного хроматографического комплекса. Рекомендуемый режим приведен ниже.

##### 3.2.1.1 Рекомендуемый режим хроматографирования.

Продолжительность анализа: 20 мин

Детектор, °С: 200

Испаритель, °С: 160

Колонка, °С: первая изотерма 77\*

Время первой изотермы: 7 мин \*\*

Скорость программирования: 10 °С / мин

Колонка, °С: вторая изотерма 180 °С

Давление газа-носителя на входе в колонку, кПа: 72. Более точно устанавливается для оптимизации разрешения исследуемых компонентов. В качестве газа носителя можно наряду с азотом использовать также водород и гелий.

Расход газа-носителя на сбросе пробы, мл/мин: 40 \*\*\*

Деление потока: 1:7

Газ 3 (поддув) , мл/мин: 20

Воздух, мл/мин: 200

Водород, мл/мин: 20

Примечание:

\* - При недостаточном разделении этилацетата и метанола (сказывается длительная работа колонки) можно понизить начальную температуру колонки до 75 °С.

\*\* - Программирование начинается после начала выхода пика этанола.

\*\*\* - При подборе режима следует обратить внимание на степень разделения 2-пропанола и этанола. При неполном их разделении следует увеличить значение расхода газа-носителя на сбросе пробы. Напротив, при достаточном разделении можно уменьшить значение расхода газа-носителя на сбросе пробы.

Примеры режимов хроматографа приведены ниже на рисунках 1а и 1б.

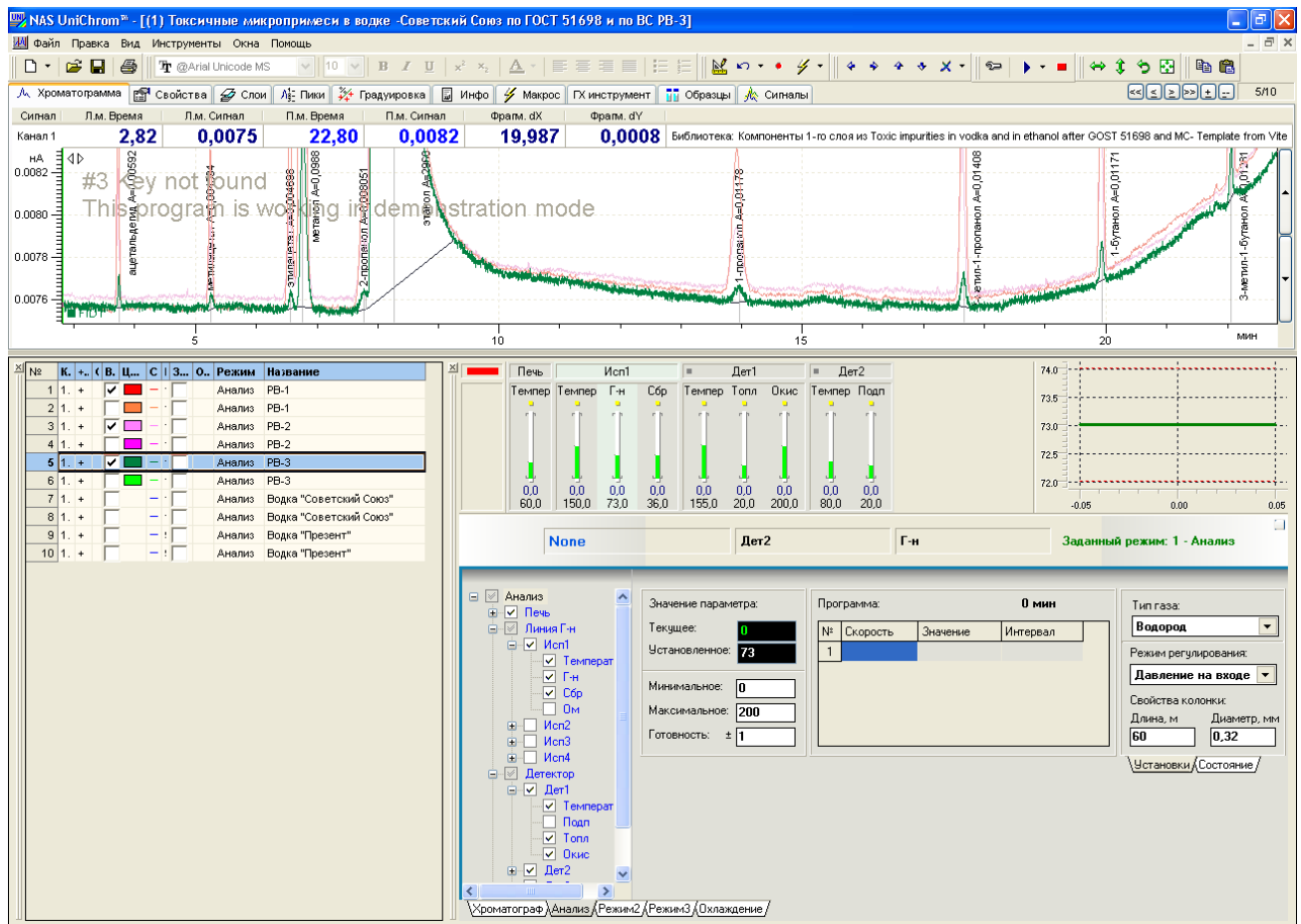


Рис. 1а. Настройки режимов работы газового хроматографа. Газ-носитель в капиллярную колонку использован водород.

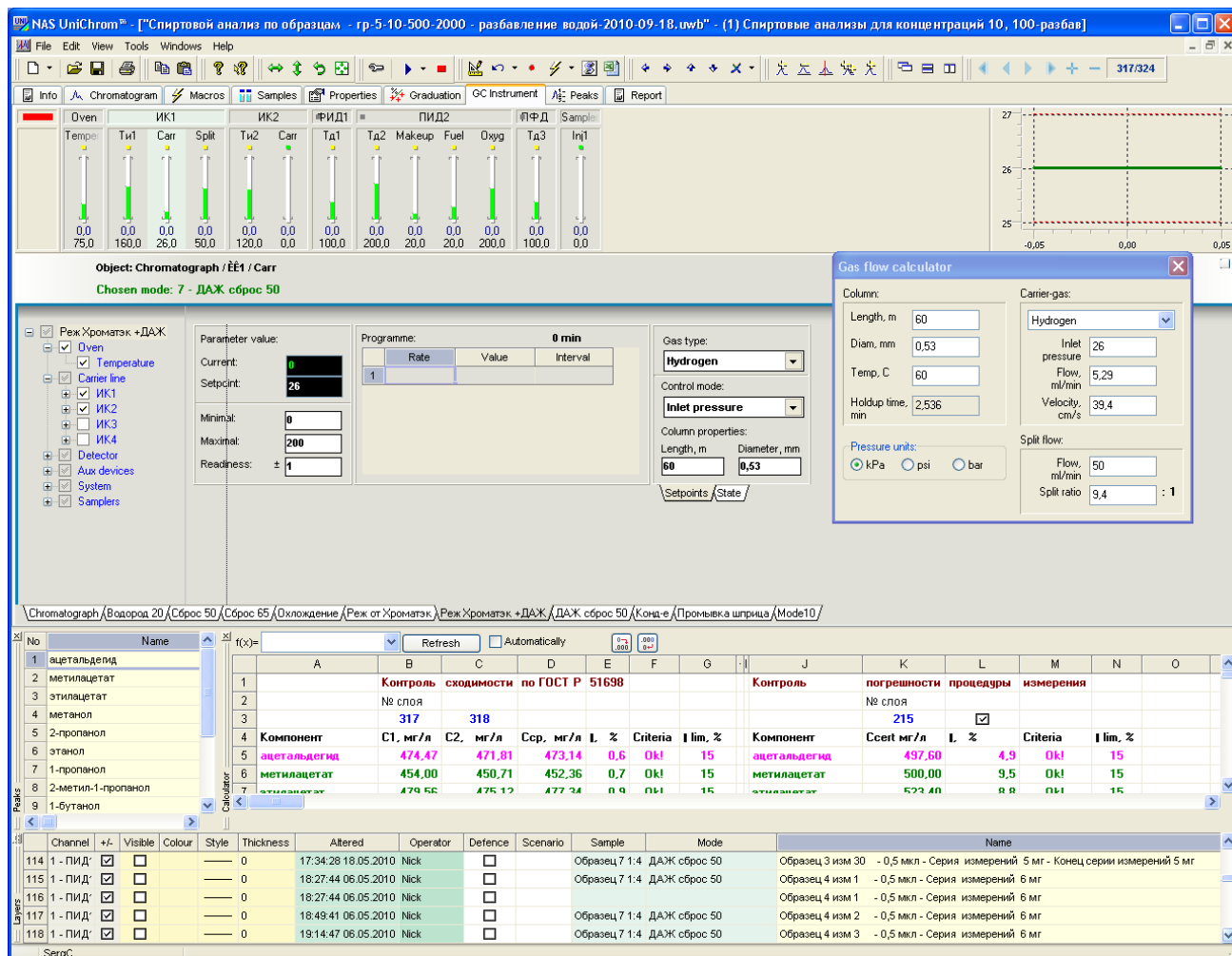


Рис. 16. Сброс был равен отношению 9,4 : 1.

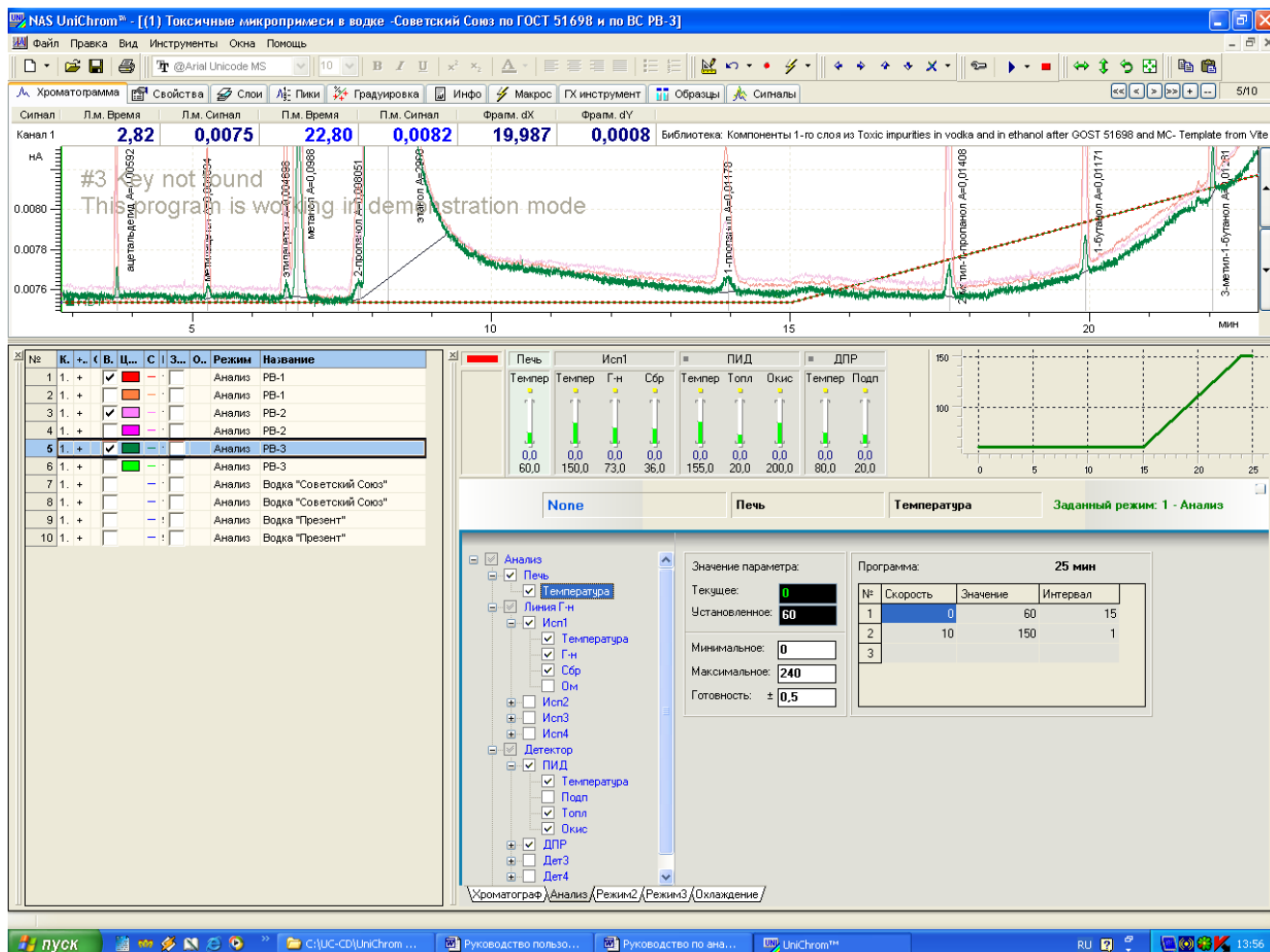


Рис. 1в. Настройки режимов работы газового хроматографа. Температурная программа термостата колонок.



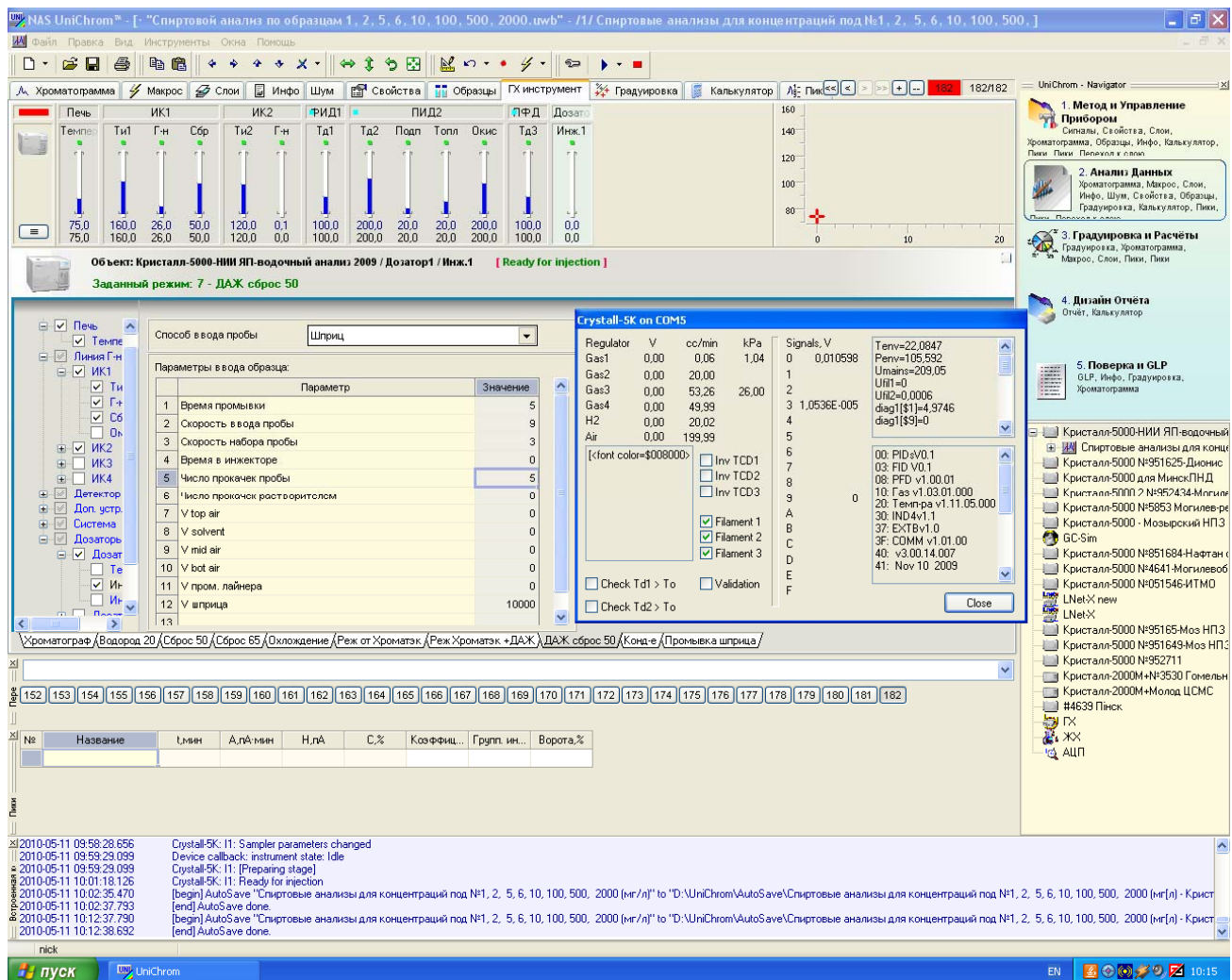


Рис. 1г. Настройки режимов работы дозатора автоматического жидкостного (ДАЖ) и окно диагностики технологических параметров газового хроматографа.

## 4. Градуировка хроматографа

Градуировка проводится не реже одного раза в две недели, а также после операций смены колонки, лайнера, промывки детектора и т.п. Градуировочный график строят по трем точкам (уровням концентраций). Каждый раствор вводят дважды в испаритель.

При подготовке прибора к работе выполняют следующие действия:

- ◀ Включают хроматограф и запускают шаблон проведения анализа по ГОСТ 51698, например, в виде имеющегося в свободном доступе на сайте [www.unichrom.com](http://www.unichrom.com) файл *Template\_for\_VC\_in\_Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.uwb.*
- ◀ После выхода хроматографа на этап "Готовность" приступают к выполнению измерений.

### 4.1. Ввод пробы и запись первой хроматограммы

В первую очередь проводят измерения градуировочных растворов с минимальной концентрацией компонентов.

#### 4.1.1. Техника ввода пробы микрошприцем

- ◀ При отборе пробы шприц промывают пробой не менее 10 раз. Поршнем шприца прокачивают медленно (не допускать появления пузырьков) до уровня 5-7мкл.
- ◀ В шприц отбирают 2-3 мкл анализируемой пробы (без пузырьков), шприц вынимают из виалы и устанавливают необходимый объём (1 мкл).
- ◀ Не более чем за 5 секунд до ввода пробы убирают выдавленную каплю фильтровальной бумагой.

- ◀ Для лучшего результата СКО желательно поддерживать одинаковые временные интервалы между выходом хроматографа на этап "Готовность", отбором пробы и вводом пробы в испаритель.
- ◀ При вводе пробы шприц располагают одинаково, например, делениями к себе.
- ◀ Аккуратно прокалывают мембрану испарителя. Ввод иглы в испаритель, опускание поршня шприца и вывод иглы шприца из испарителя проводят достаточно быстро, конец иглы выводят через мембрану не спеша.

#### 4.1.2 Запись хроматограммы

- ◀ После выхода на этап "Готовность" вводят пробу в испаритель, одновременно нажимают кнопку СТАРТ (старт/стоп) на панели хроматографа.
- ◀ В закладке **Слои** в столбце **Название** вписывают шифр/номер пробы и комментарии.

## 5. Построение градуировок

Для построения градуировок выполняют измерения трех аттестованных водно-спиртовых смесей.

Например ГСО государственного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии» (ГНУ «ВНИИПБТ», г.Москва).

Измерения каждой смеси выполняют не менее 2 раз. Ниже приведен пример реализации градуировки.

Хроматограф HP 6890N

Дозатор автоматический AutoSampler 7683

Капиллярная колонка Rtx-Wax 60 m 0,53mm 1,0 mcm

Газ-носитель – азот. В качестве газа носителя можно наряду с азотом использовать также водород и гелий.

Объем вводимой пробы 1,0 мкл

Давление на входе в колонку - 100 кПА,

Деление потока на входе в колонку 1:10

Температура испарителя 160 С

Режим программирования температуры термостата колонки 60 С - 6 min,

со скоростью 12 С/мин до 132 С, затем со скоростью 25 С/мин до 180 С и конечная изотерма 180 С 2 min

Температура детектора 200 С

Поток воздуха в ПИД 300 мл/мин

Поток водорода в ПИД 30 мл/мин

Поддув в ПИД (make up) 29 мл/мин

### 5.1. Построение относительных градуировок

Для построения градуировочных зависимостей концентрации испытуемых компонентов относительно концентрации этанола в каждом слое (хроматограмме) в закладке **Пики** интересующие компоненты с известной концентрацией в соответствии с паспортом на ГСО назначаем градуировочными. Компонент **этанол** тоже назначаем, как точку градуировки. Массовую концентрацию этилового спирта (100%) устанавливаем равной 789300 мг/л (в пересчете на безводный спирт). Такую процедуру выполняем для всех испытуемых компонентов во всех измеренных хроматограммах аттестованных смесей.

На рис. 2а и 2б представлены типовые паспорта на ГСО 8404-2003 на стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС) и ГСО 8405-2003 на стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ) от ГНУ «ВНИИПБТ», г.Москва.



**1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ГСО**

**НАИМЕНОВАНИЕ ГСО:** стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС).

**ВЫПУСКАЕТСЯ** в соответствии с сертификатом об утверждении типа № 2754, действительным до 22 июля 2008г.

**НАЗНАЧЕНИЕ ГСО:** Градуировка газовых хроматографов и фотозлектроколориметров при определении содержания токсичных микропримесей в спирте этиловом; поверка газовых хроматографов, контроль погрешности методик выполнения измерений содержания токсичных микропримесей в спирте этиловом; аттестация методик выполнения измерений.

**РАЗРАБОТЧИКИ ГСО:** Государственное научное учреждение "Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии" (ГНУ "ВНИИПБТ"). Федеральное государственное унитарное предприятие "Уральский научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ").

**ИЗГОТОВИТЕЛЬ ГСО:** ГНУ "ВНИИПБТ".

**2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГСО партии № 12**

**2.1 Аттестованные значения СО**

| Аттестованная характеристика СО  | Обозначение единицы физической величины | РС-1                    | РС-2                    | РС-3                    | Относительная погрешность аттестованного значения при P=0,95 |
|--|---|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| Массовая концентрация уксусного альдегида (ацетальдегида)              | мг/дм <sup>3</sup>                      | 8,40<br><i>8.750</i>    | 4,35<br><i>4.531</i>    | 1,12<br><i>1.167</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация метилового эфира уксусной кислоты (метилацетата) | мг/дм <sup>3</sup>                      | 9,06<br><i>9.438</i>    | 4,53<br><i>4.719</i>    | 0,91<br><i>0.948</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата)   | мг/дм <sup>3</sup>                      | 8,83<br><i>9.198</i>    | 4,41<br><i>4.594</i>    | 0,88<br><i>0.917</i>    | ± 5,0 %  |
| Объемная доля метилового спирта (метанола)                             | %                                       | 0,0104<br><i>85.885</i> | 0,0058<br><i>47.896</i> | 0,0019<br><i>15.688</i> | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация изопропилового спирта (2-пропанола)              | мг/дм <sup>3</sup>                      | 8,66<br><i>9.021</i>    | 4,74<br><i>4.938</i>    | 1,60<br><i>1.667</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация пропилового спирта (1-пропанола)                 | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,88<br><i>8.208</i>    | 3,94<br><i>4.104</i>    | 0,79<br><i>0.823</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация изобутилового спирта (2-метил-1-пропанол)        | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,86<br><i>8.188</i>    | 3,93<br><i>4.094</i>    | 0,79<br><i>0.823</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация бутилового спирта (1-бутанол)                    | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,94<br><i>8.271</i>    | 3,97<br><i>4.135</i>    | 0,79<br><i>0.823</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола)         | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,94<br><i>8.271</i>    | 3,97<br><i>4.135</i>    | 0,79<br><i>0.823</i>    | ± 5,0 %  |

Срок годности экземпляра ГСО: 1 год. Экземпляр СО после вскрытия первоначальной упаковки хранят не более 6 месяцев.

*Примечание: Курсивом приведены значения массовой концентрации в пересчете на безводный спирт.*

**3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ.** Материал ГСО комплекта РС представляет собой спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652-2000 с внесенными добавками токсичных микропримесей. Материал ГСО расфасован по (15,0 ± 0,5) см<sup>3</sup> в пенициллиновые флаконы вместимостью 20 см<sup>3</sup>, закрытые полиэтиленовыми крышками, которые герметично покрыты слоем парафина.

*Объемная доля этилового спирта составляет 96%.*

**4 ПОРЯДОК ПРИМЕНЕНИЯ.** ГСО применяют в соответствии с ГОСТ Р 51698-2000, ГОСТ 5363-93, ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, МИ 2651-2001, МИ 2336-2002 и инструкцией по применению.

**5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.** По степени воздействия на организм этиловый спирт относится к 4 классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76. Помещение, в котором проводят работы с ГСО, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75.

**6 КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ:** комплект ГСО, паспорт ГСО.

*Массовая концентрация этилового спирта (100%) равна 789300 мг/л (в пересчете на безводный спирт).*

**7 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ**

Дата выпуска ГСО партии № 12 02.10.2006

*спирт).*

Контролер

 Т.М. Шелехова

**8 УСЛОВИЯ ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ.** ГСО следует хранить в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С. ГСО можно перевозить всеми видами транспорта. В качестве транспортной тары должны быть использованы коробки из картона или пенопласта. Упаковка с ГСО не должна подвергаться резким ударам, воздействию атмосферных осадков и агрессивных химических веществ.

**9 ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА.** Изготовитель гарантирует стабильность аттестованных значений в течение срока годности экземпляра ГСО при соблюдении условий хранения, транспортирования и порядка применения.

**10 ПРИЛОЖЕНИЕ.** Инструкция по применению ГСО.

Директор ГНУ "ВНИИПБТ"



В.А. Поляков

*08.11.06.*

Рис. 2а. Типовой паспорт ГСО 8404-2003 на стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС) от ГНУ «ВНИИПБТ», г.Москва.



**1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ГСО**

**НАИМЕНОВАНИЕ ГСО:** стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ).

**ВЫПУСКАЕТСЯ** в соответствии с сертификатом об утверждении типа № 2755, действительным до 22 июля 2008г.

**НАЗНАЧЕНИЕ ГСО:** Градуировка газовых хроматографов и фотозлектроколориметров при определении содержания токсичных микропримесей в водке; проверка газовых хроматографов, контроль погрешности методик выполнения измерений содержания токсичных микропримесей в водке; аттестация методик выполнения измерений.

**РАЗРАБОТЧИКИ ГСО:** Государственное научное учреждение "Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии" (ГНУ "ВНИИПБТ"), Федеральное государственное унитарное предприятие "Уральский научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ").

**ИЗГОТОВИТЕЛЬ ГСО:** ГНУ "ВНИИПБТ".

**2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГСО партии № 13**

**2.1 Аттестованные значения СО**

| Аттестованная характеристика СО  | Обозначение единицы физической величины | РВ-1                    | РВ-2                    | РВ-3                    | Относительная погрешность аттестованного значения при P=0,95 |
|--|---|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| Массовая концентрация уксусного альдегида (ацетальдегида)              | мг/дм <sup>3</sup>                      | 8,58<br><i>21.45</i>    | 4,28<br><i>10.7</i>     | 1,15<br><i>2.875</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация метилового эфира уксусной кислоты (метилацетата) | мг/дм <sup>3</sup>                      | 9,06<br><i>22.65</i>    | 4,53<br><i>11.325</i>   | 0,91<br><i>2.275</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата)   | мг/дм <sup>3</sup>                      | 8,83<br><i>22.08</i>    | 4,41<br><i>11.025</i>   | 0,88<br><i>2.2</i>      | ± 5,0 %  |
| Объемная доля метилового спирта (метанола)                             | %                                       | 0,0102<br><i>220.16</i> | 0,0053<br><i>105.05</i> | 0,0014<br><i>27.748</i> | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация изопропилового спирта (2-пропанола)              | мг/дм <sup>3</sup>                      | 8,25<br><i>20.625</i>   | 4,27<br><i>10.675</i>   | 1,15<br><i>2.875</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация пропилового спирта (1-пропанола)                 | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,88<br><i>19.70</i>    | 3,94<br><i>9.85</i>     | 0,79<br><i>1.975</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола)       | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,86<br><i>19.65</i>    | 3,93<br><i>9.825</i>    | 0,79<br><i>1.975</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация бутилового спирта (1-бутанола)                   | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,94<br><i>19.85</i>    | 3,97<br><i>9.925</i>    | 0,79<br><i>1.975</i>    | ± 5,0 %  |
| Массовая концентрация изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола)         | мг/дм <sup>3</sup>                      | 7,94<br><i>19.85</i>    | 3,97<br><i>9.925</i>    | 0,79<br><i>1.975</i>    | ± 5,0 %  |

Срок годности экземпляра ГСО: 1 год. Экземпляр СО после вскрытия первоначальной упаковки хранят не более 6 месяцев.

*Примечание: Курсивом приведены значения массовой концентрации в пересчете на безводный спирт*

**3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ.** Материал ГСО комплекта РВ представляет собой водно-спиртовую смесь объемной долей этилового спирта 40 %, приготовленную из спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652-2000 и дистиллированной воды с внесенными добавками токсичных микропримесей. Материал ГСО расфасован по (15,0 ± 0,5) см<sup>3</sup> в пенициллиновые флаконы вместимостью 20 см<sup>3</sup>, закрытые полиэтиленовыми крышками, которые герметично покрыты слоем парафина. *Объемная доля этилового спирта составляет 40%.*

**4 ПОРЯДОК ПРИМЕНЕНИЯ.** ГСО применяют в соответствии с ГОСТ Р 51698-2000, ГОСТ 5363-93, ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, МИ 2651-2001, МИ 2336-2002 и инструкцией по применению.

**5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.** По степени воздействия на организм этиловый спирт относится к 4 классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76. Помещение, в котором проводят работы с ГСО, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75. *Массовая концентрацию этилового спирта (100%) равна 789300 мг/л (в пересчете на безводный спирт).*

**6 КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ:** комплект ГСО, паспорт ГСО.

**7 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ**

Дата выпуска ГСО партии № 13 *01.09.2006*

Контролер

*Т.М. Шелехова*

**8 УСЛОВИЯ ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ.** ГСО следует хранить в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С. ГСО можно перевозить всеми видами транспорта. В качестве транспортной тары должны быть использованы коробки из картона или пенопласта. Упаковка с ГСО не должна подвергаться резким ударам, воздействию атмосферных осадков и агрессивных химических веществ.

**9 ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА.** Изготовитель гарантирует стабильность аттестованных значений в течение срока годности экземпляра ГСО при соблюдении условий хранения, транспортирования и порядка применения.

**10 ПРИЛОЖЕНИЕ.** Инструкция по применению ГСО.

Директор ГНУ "ВНИИПБТ"



В.А. Поляков

*08.11.06*

Рис. 26. Типовой паспорт ГСО 8405-2003 на стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект (РВ) от ГНУ «ВНИИПБТ», г.Москва.

В паспорте ГСО 8404-2003 и ГСО 2405-2003 нигде не указана в явном виде массовая концентрация этилового спирта. Только в разделе «Технические данные» указывается, что «материал ГСО комплекта РС представляет собой спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652-2000 с внесенными добавками токсичных микропримесей»



и «материал ГСО комплекта РВ представляет собой водно-спиртовую смесь объемной долей этилового спирта 40%, приготовленную из спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652-2000 и дистиллированной воды с внесенными добавками токсичных микропримесей».

В самом ГОСТ 51698 в разделе «Обработка результатов измерений» указывается, что содержание всех исследуемых токсичных микропримесей выражают в пересчете на безводный спирт.

Для наглядности и простоты понимания как градуировки хроматографа, так и последующей обработки результатов измерений пересчитывают и записывают паспортные данные всех исследуемых токсичных микропримесей в мг на 1 дм<sup>3</sup> безводного спирта.

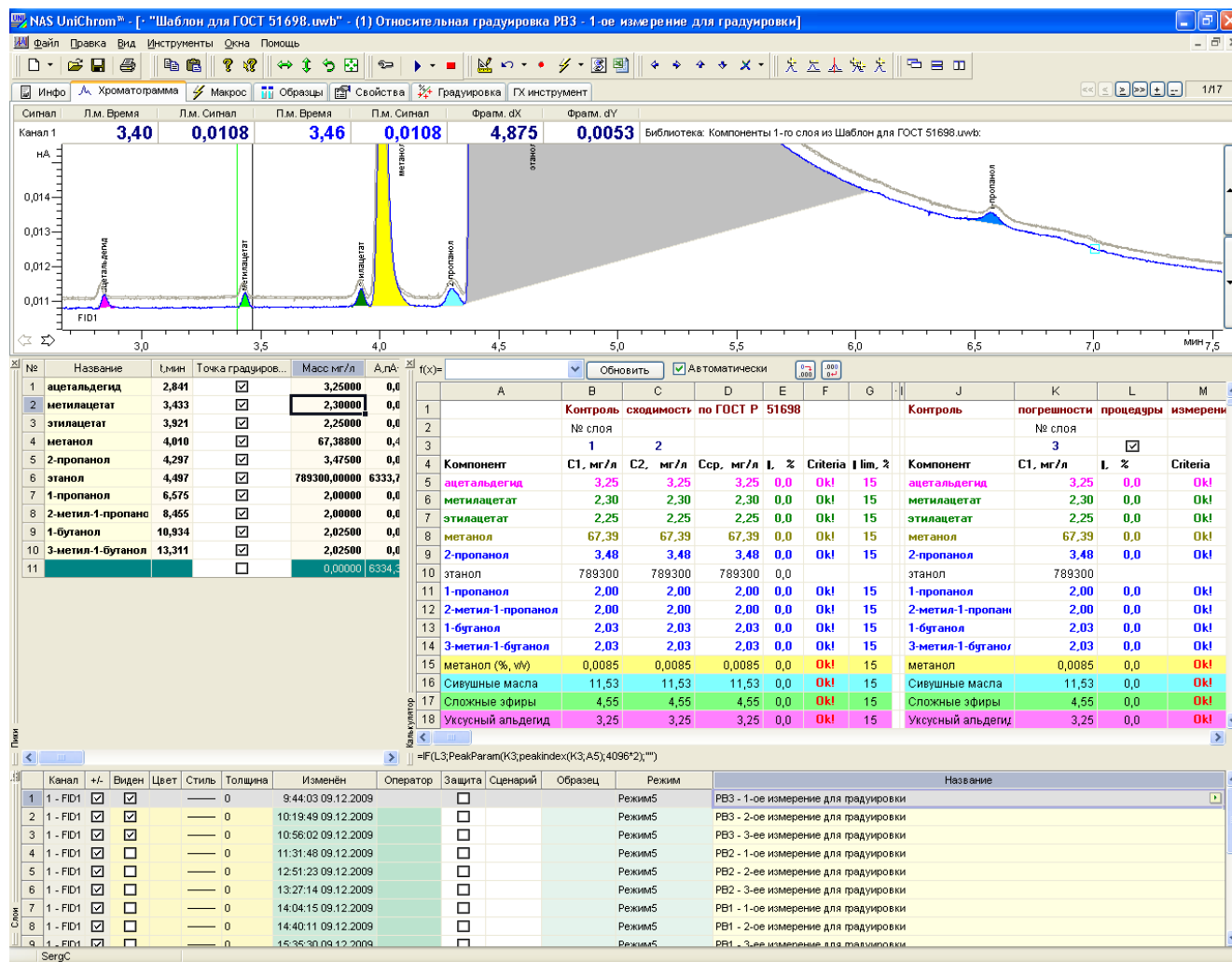


Рис.3а. Настройка окна для визуального сравнения сходимости трех измерений одной концентрации градуировочной смеси РВ-3.

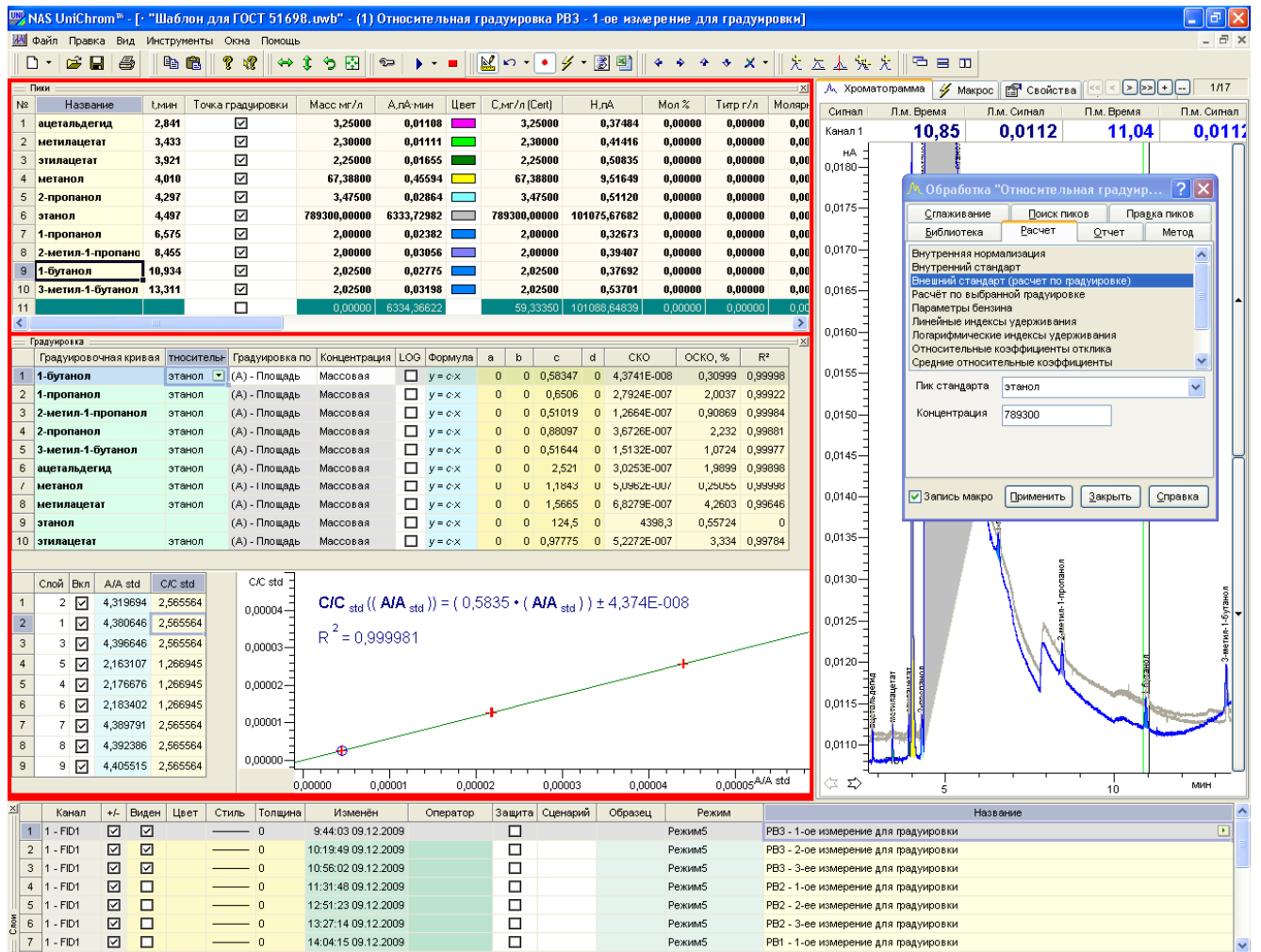


Рис.3б. Представленная настройка окна позволяет обзорно видеть характеристики построенных градуировок по всем исследуемым компонентам .

## 6. Расчет концентраций

### 6.1. Расчет концентраций по градуировке.

Расчет концентраций методом внутреннего стандарта выполняют в следующей последовательности.

На измеренной хроматограмме выполняют поиск и идентификацию всех испытуемых компонентов и этанола тоже.

Выбирают параметр отклика детектора тот, по которому была построена градуировочная зависимость, например, «**По площади пика**» и устанавливают концентрацию внутреннего стандарта. Так как итоговые данные по массовым концентрациям токсичных микропримесей требуются в размерности мг/л в пересчете на безводный спирт (Absolute Alcohol – AA), то значение массовой концентрации этилового спирта составляет 789300 мг/л..

The screenshot shows the NAS UniChrom software interface. The main window displays a list of components and their concentrations. A dialog box titled "Обработка «Относительная градуир...»" is open, showing the "Расчет" (Calculation) tab. The dialog box contains the following information:

- Внутренняя нормализация: Внутренний стандарт
- Внешний стандарт (расчет по градуировке): Расчет по выбранной градуировке
- Параметры пика: Пик стандарта: этанол
- Концентрация: 789300
- Buttons: Запись макрос, Применить, Закрыть, Справка

The main window displays a table with the following columns: №, Название, t<sub>мин</sub>, T..., Масс мг/л, Ал.А.мин, Цвет. The table lists various components and their concentrations, including: 1-ацетальдегид, 2-метилацетат, 3-этилацетат, 4-метанол, 5-2-пропанол, 6-этанол, 7-1-пропанол, 8-2-метил-1-пропанол, 9-1-бутанол, 10-3-метил-1-бутанол, 11-этанол, 12-2-метил-1-пропанол, 13-1-бутанол, 14-3-метил-1-бутанол, 15-метанол (% v/v), 16-Сивушные масла, 17-Сложные эфиры, 18-Уксусный альдегид.

Рис. 4. Пример сценария обработки («Макрос» - сценария обработки) анализа испытуемой пробы.

## 7. Итоговый отчет

### 7.1. Получение итогового отчета встроенными средствами UniChrom

Получить итоговый отчет можно двумя путями. С помощью встроенных средств UniChrom и с помощью стандартных средств широко распространенных редакторов MS Word Excel.

Для получения итогового отчета первым способом в иконке **Обработка/Отчет** выбирают опцию **Встроенный**. Далее выбирают необходимые разделы отчета, выводимые на печать.

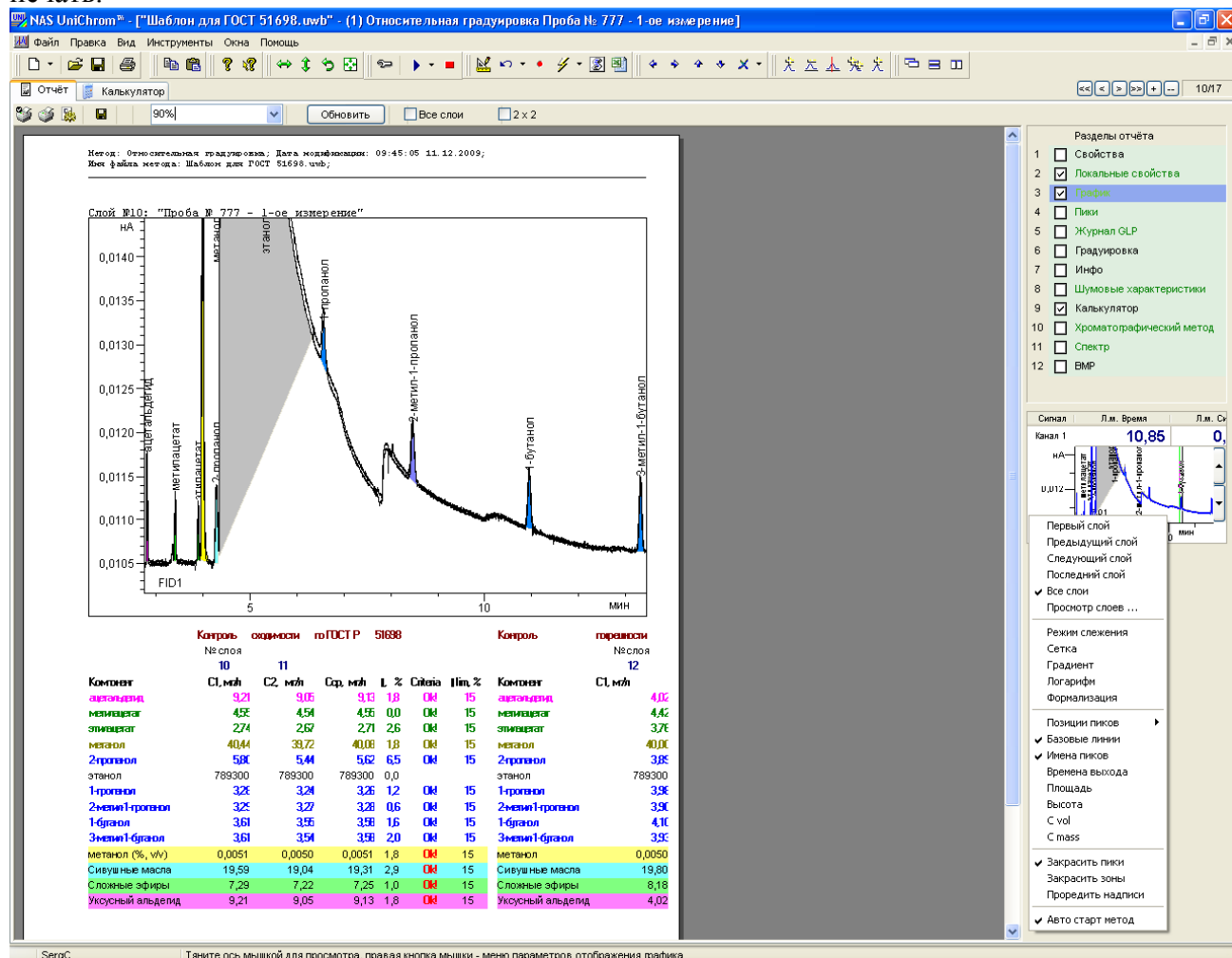


Рис. 5. Выбор разделов отчета, выводимых на печать.

Просмотреть полученный таким образом итоговый отчет можно обычным образом, в меню **Файл** выбрать раздел **Предварительный просмотр...**

### 7.2. Получение итогового отчета средствами MS Excel

Для получения итогового отчета внешними средствами в иконке **Обработка/Отчет** выбирают опцию **Внешний**. Далее выбирают заранее разработанный шаблон. Например, имеющийся в свободном доступе на сайте [www.unichrom.com](http://www.unichrom.com) файл *Template\_for\_VC\_in\_Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.xls*

Все исходные данные из UniChrom по условиям выполнения измерений, полученные данные по измерениям градуировочных смесей и испытываемых образцов доступны и



передаются посредством OLE Automation в таблицы MS Excel. Формирование необходимой структуры и расчет требуемых по НД величин осуществляется непосредственно в таблице средствами MS Excel.

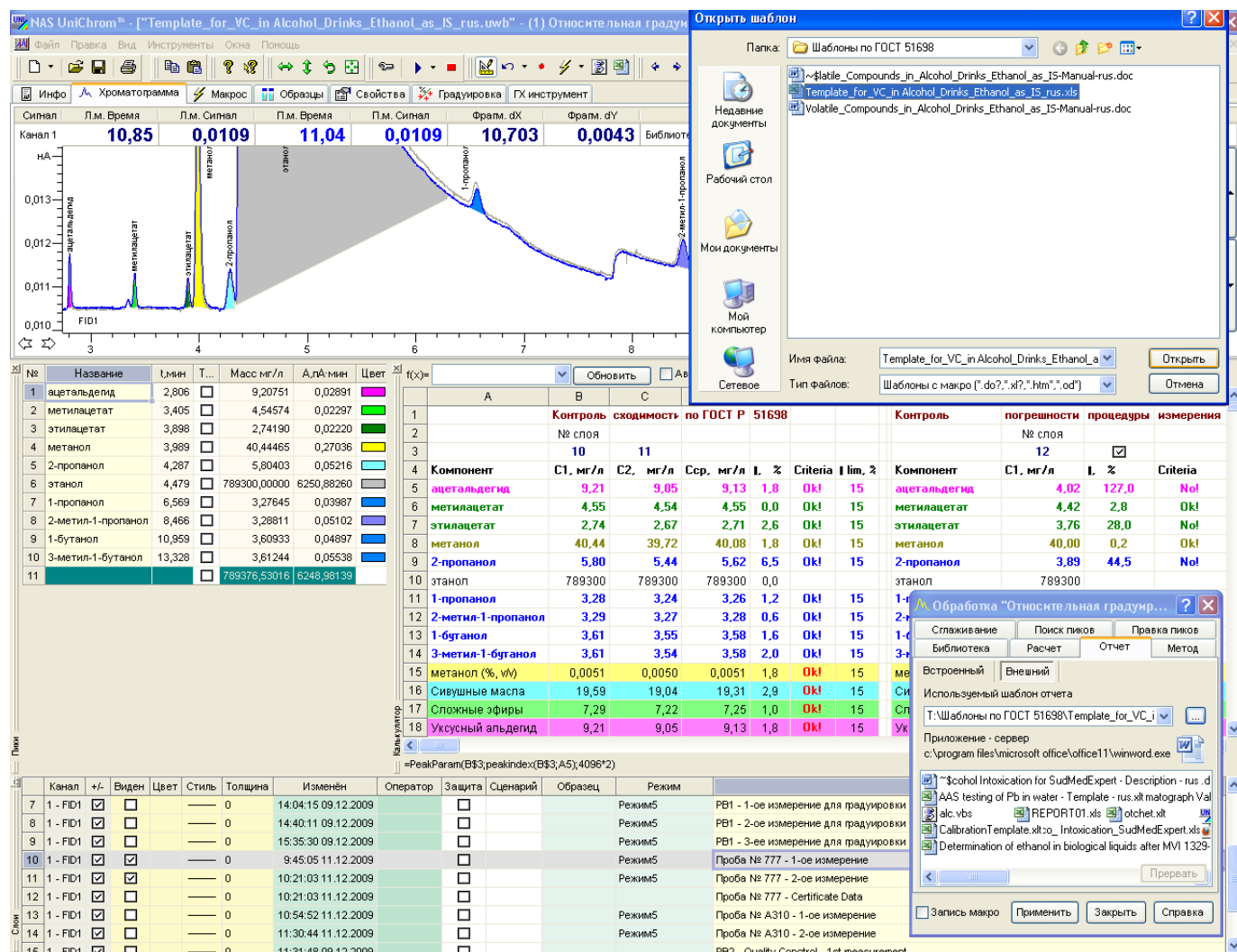


Рис.6. Формирование итогового отчета с помощью заранее разработанных шаблонов.

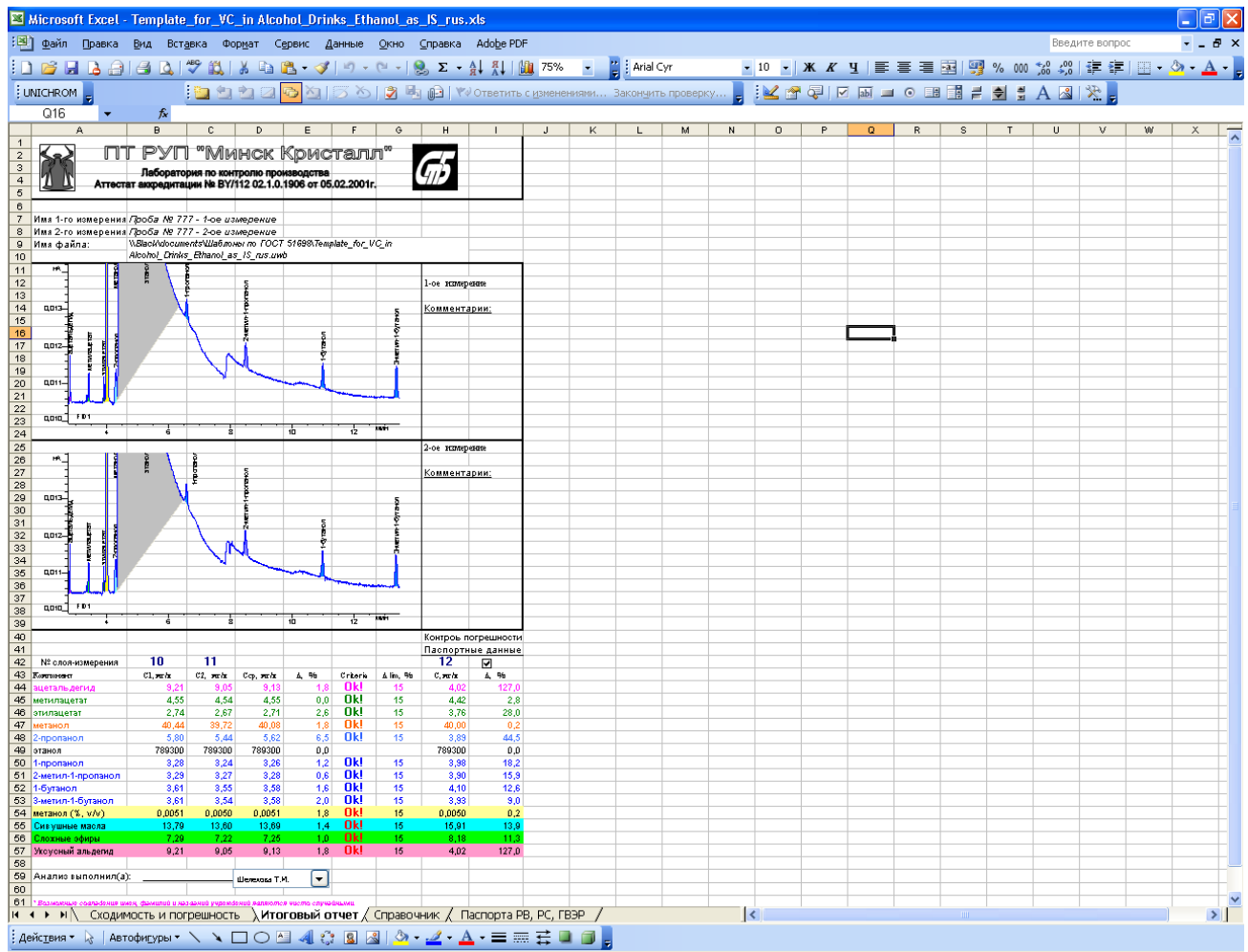


Рис.7. Экранная копия отчета итогового отчета с применением шаблона Template\_for\_VC\_in Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.xls



ПТ РУП "Минск Кристалл"<sup>ОО</sup>

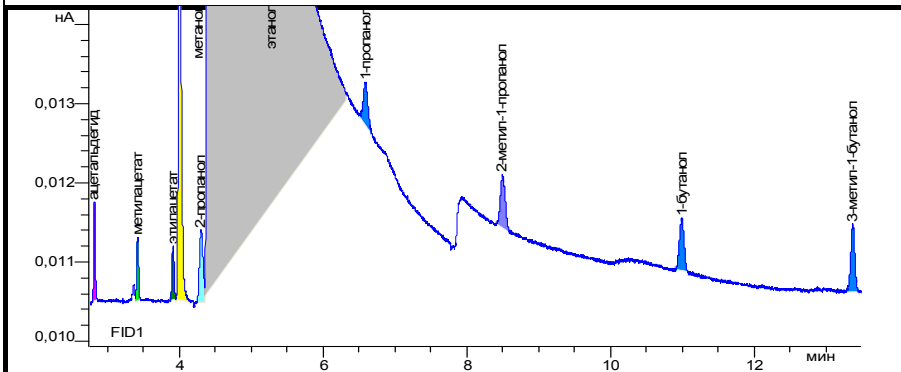
Лаборатория по контролю производства  
Аттестат аккредитации № ВУ/112 02.1.0.1906 от 05.02.2001г.



Имя 1-го измерения: *Проба № 777 - 1-ое измерение*

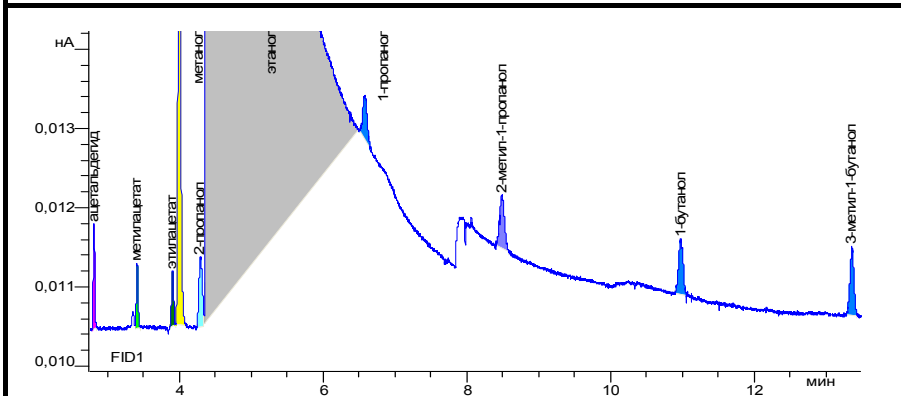
Имя 2-го измерения: *Проба № 777 - 2-ое измерение*

Имя файла: *\\Black\documents\Шаблоны по ГОСТ 51698\Template\_for\_VC\_in  
Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.uwb*



1-ое измерение

Комментарии:



2-ое измерение

Комментарии:

| № слоя-измерения   | 10       |          | 11       |      | Контроль погрешности |          | Паспортные данные |  |
|--------------------|----------|----------|----------|------|----------------------|----------|-------------------|--|
|                    | C1, мг/л | C2, мг/л | Ср, мг/л | Δ, % | Criteria             | Δ lim, % | 12                | <input checked="" type="checkbox"/> Δ, % |
| ацетальдегид       | 9,21     | 9,05     | 9,13     | 1,8  | ок!                  | 15       | 4,02              | 127,0                                    |
| метилацетат        | 4,55     | 4,54     | 4,55     | 0,0  | ок!                  | 15       | 4,42              | 2,8                                      |
| этилацетат         | 2,74     | 2,67     | 2,71     | 2,6  | ок!                  | 15       | 3,76              | 28,0                                     |
| метанол            | 40,44    | 39,72    | 40,08    | 1,8  | ок!                  | 15       | 40,00             | 0,2                                      |
| 2-пропанол         | 5,80     | 5,44     | 5,62     | 6,5  | ок!                  | 15       | 3,89              | 44,5                                     |
| этанол             | 789300   | 789300   | 789300   | 0,0  |                      |          | 789300            | 0,0                                      |
| 1-пропанол         | 3,28     | 3,24     | 3,26     | 1,2  | ок!                  | 15       | 3,98              | 18,2                                     |
| 2-метил-1-пропанол | 3,29     | 3,27     | 3,28     | 0,6  | ок!                  | 15       | 3,90              | 15,9                                     |
| 1-бутанол          | 3,61     | 3,55     | 3,58     | 1,6  | ок!                  | 15       | 4,10              | 12,6                                     |
| 3-метил-1-бутанол  | 3,61     | 3,54     | 3,58     | 2,0  | ок!                  | 15       | 3,93              | 9,0                                      |
| метанол (% v/v)    | 0,0051   | 0,0050   | 0,0051   | 1,8  | ок!                  | 15       | 0,0050            | 0,2                                      |
| Сивушные масла     | 13,79    | 13,60    | 13,69    | 1,4  | ок!                  | 15       | 15,91             | 13,9                                     |
| Сложные эфиры      | 7,29     | 7,22     | 7,25     | 1,0  | ок!                  | 15       | 8,18              | 11,3                                     |
| Уксусный альдегид  | 9,21     | 9,05     | 9,13     | 1,8  | ок!                  | 15       | 4,02              | 127,0                                    |

Анализ выполнил(а): \_\_\_\_\_ Шелехова Т.М.

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

Рис.8. Пример отчета для печати с применением шаблона  
Template\_for\_VC\_in\_Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.xls

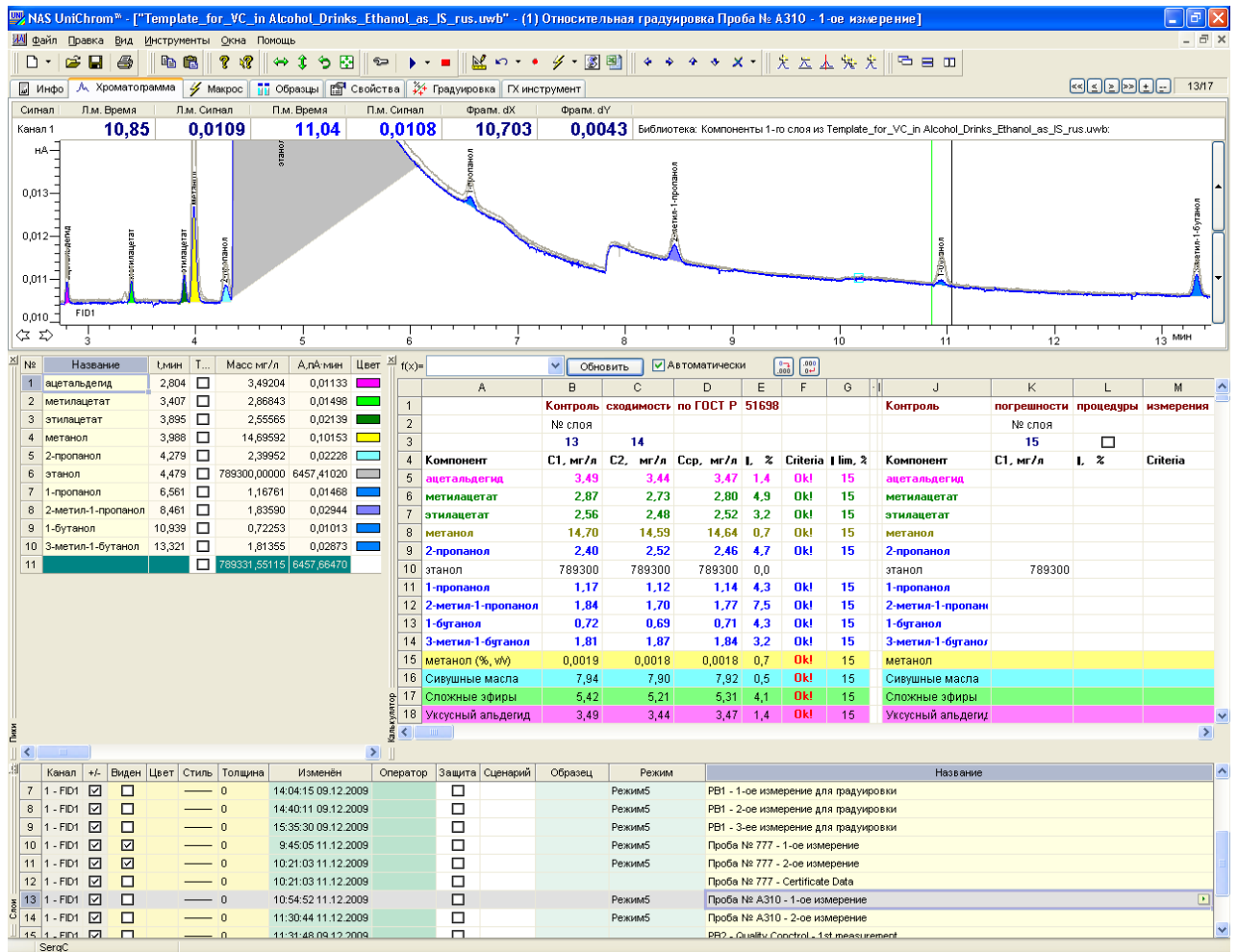


Рис.9. Пример анализа исследуемой пробы «А310». Контроль погрешности измерений не проводили и как следствие, в калькуляторе выключены функции контроля погрешности измерений. Присутствуют только результаты контроля сходимости.

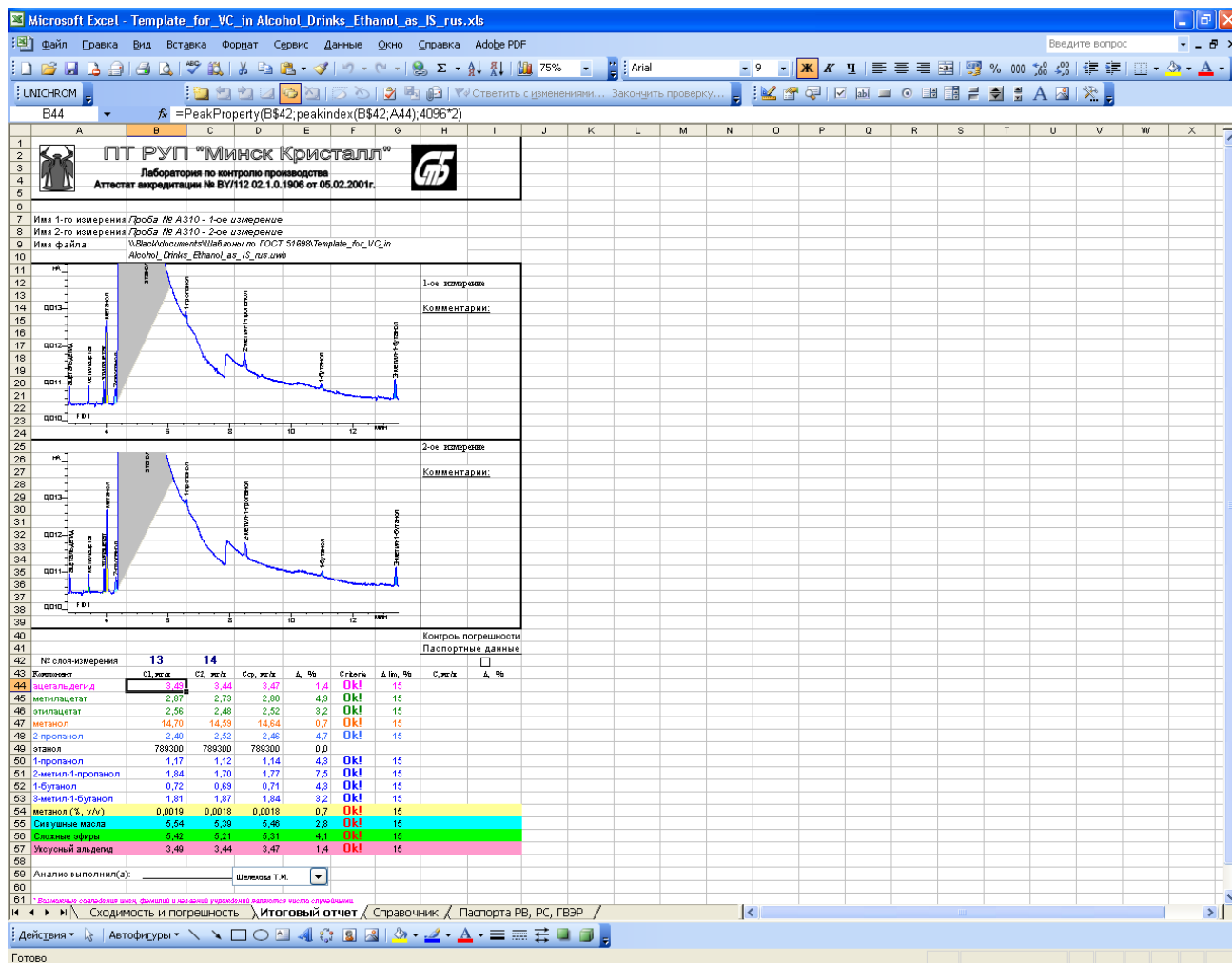


Рис. 10. Функция контроля погрешности выключена.

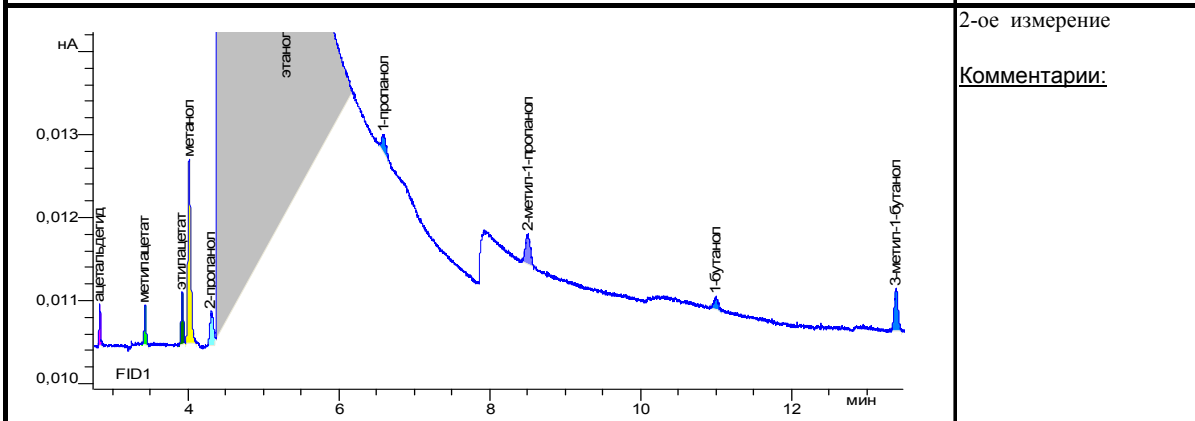
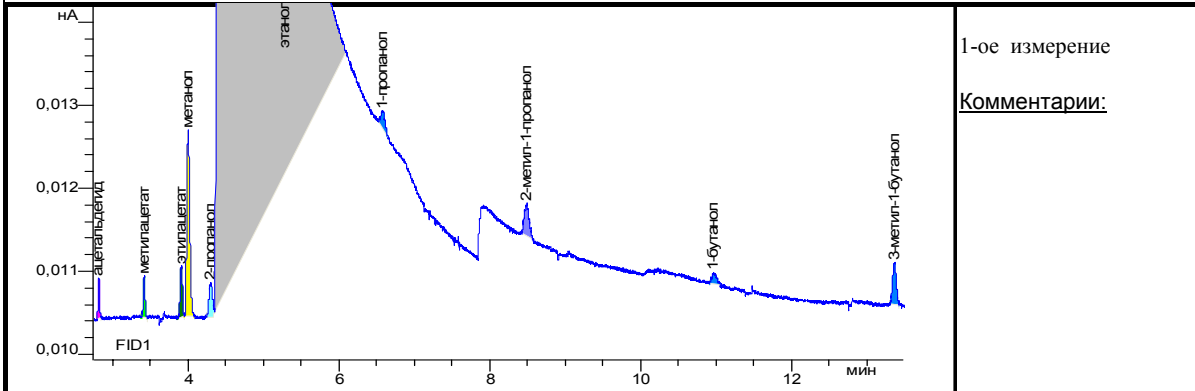


ПТ РУП "Минск Кристалл"

Лаборатория по контролю производства  
Аттестат аккредитации № ВУ/112 02.1.0.1906 от 05.02.2001г.



Имя 1-го измерения: *Проба № А310 - 1-ое измерение*  
Имя 2-го измерения: *Проба № А310 - 2-ое измерение*  
Имя файла: *\\Black\documents\Шаблоны по ГОСТ 51698\Template\_for\_VC\_in Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.uwb*



| № слоя-измерения   | 13       |          | 14       |          | Ср, мг/л | Δ, % | Criteria | Δ lim, % | Контроль погрешности |      |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|------|----------|----------|----------------------|------|
|                    | C1, мг/л | C2, мг/л | C1, мг/л | C2, мг/л |          |      |          |          | С, мг/л              | Δ, % |
| ацетальдегид       | 3,49     | 3,44     | 3,47     | 1,4      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| метилацетат        | 2,87     | 2,73     | 2,80     | 4,9      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| этилацетат         | 2,56     | 2,48     | 2,52     | 3,2      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| метанол            | 14,70    | 14,59    | 14,64    | 0,7      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| 2-пропанол         | 2,40     | 2,52     | 2,46     | 4,7      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| этанол             | 789300   | 789300   | 789300   | 0,0      |          |      |          |          |                      |      |
| 1-пропанол         | 1,17     | 1,12     | 1,14     | 4,3      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| 2-метил-1-пропанол | 1,84     | 1,70     | 1,77     | 7,5      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| 1-бутанол          | 0,72     | 0,69     | 0,71     | 4,3      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| 3-метил-1-бутанол  | 1,81     | 1,87     | 1,84     | 3,2      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| метанол (% , v/v)  | 0,0019   | 0,0018   | 0,0018   | 0,7      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| Сивушные масла     | 5,54     | 5,39     | 5,46     | 2,8      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| Сложные эфиры      | 5,42     | 5,21     | 5,31     | 4,1      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |
| Уксусный альдегид  | 3,49     | 3,44     | 3,47     | 1,4      | Ok!      | 15   |          |          |                      |      |

Анализ выполнил(а): \_\_\_\_\_ *Шелехова Т.М.*

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

Рис.11. Предварительный просмотр итогового отчета с выключенной функцией контроля погрешности.

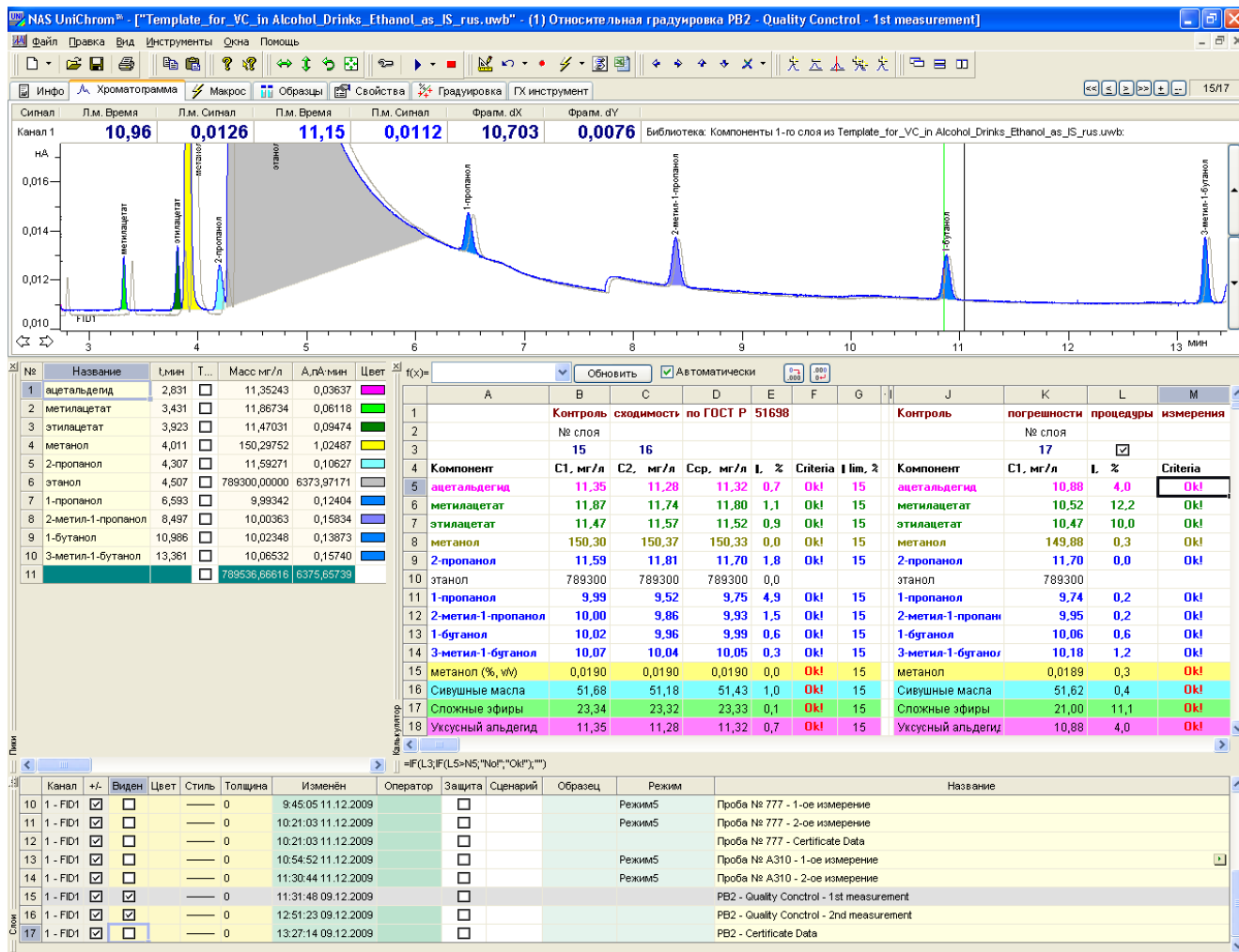


Рис.12. Испытание образца РВ-2 с оперативным контролем погрешности.

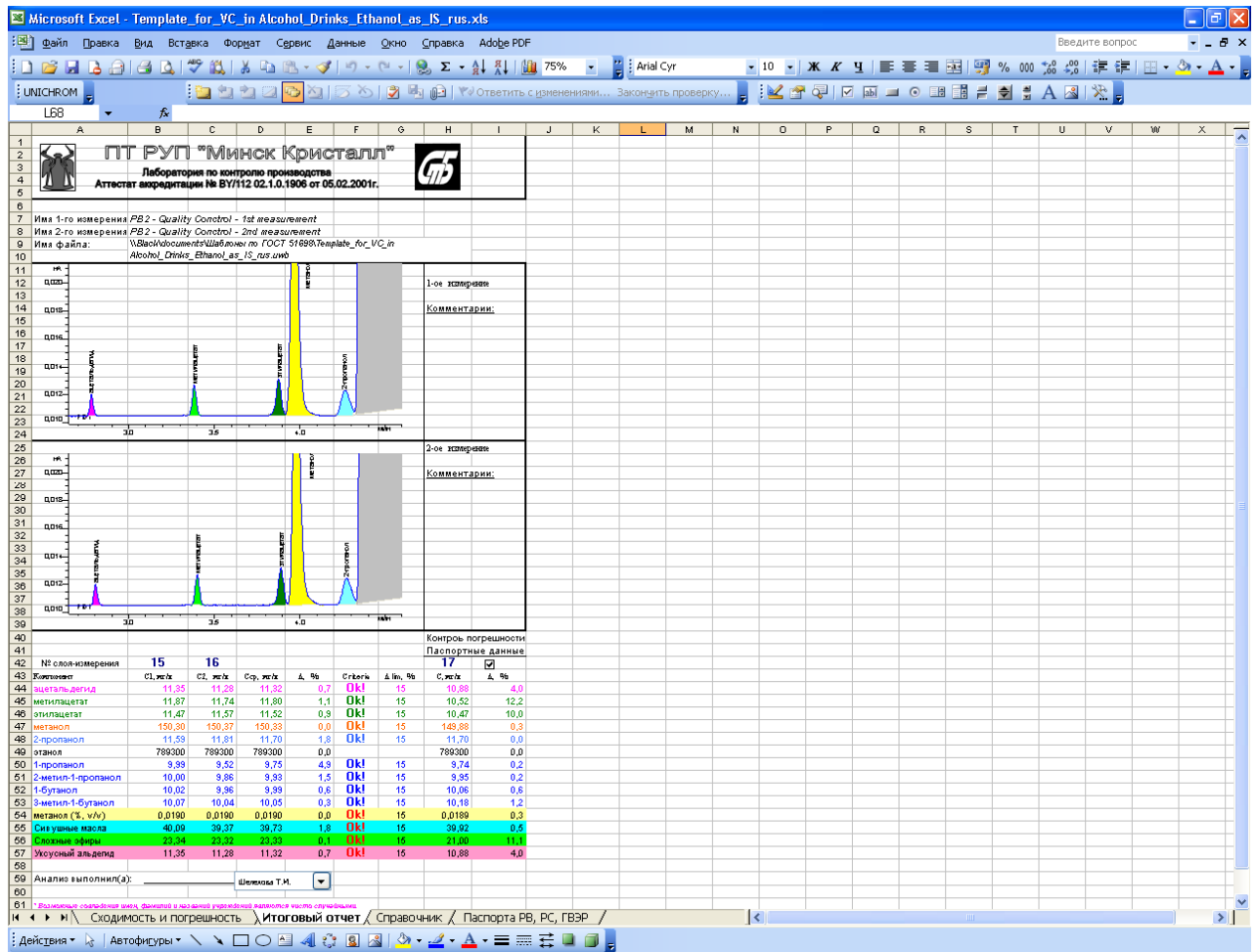


Рис. 13. Итоговый отчет испытания образца РВ-2 с оперативным контролем погрешности.



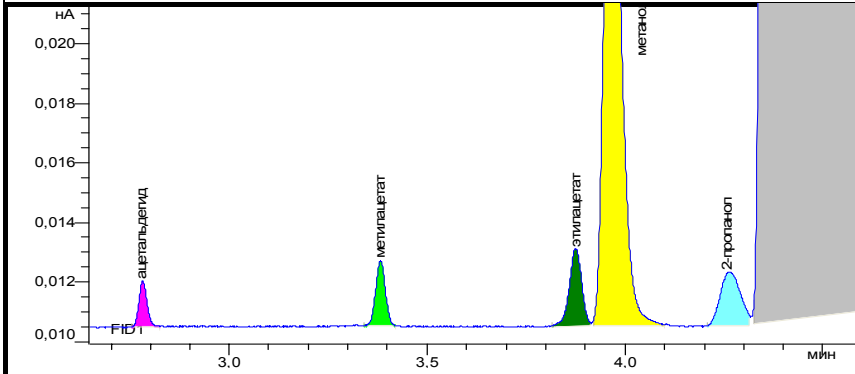


ПТ РУП "Минск Кристалл"<sup>ОО</sup>

Лаборатория по контролю производства  
Аттестат аккредитации № ВУ/112 02.1.0.1906 от 05.02.2001г.

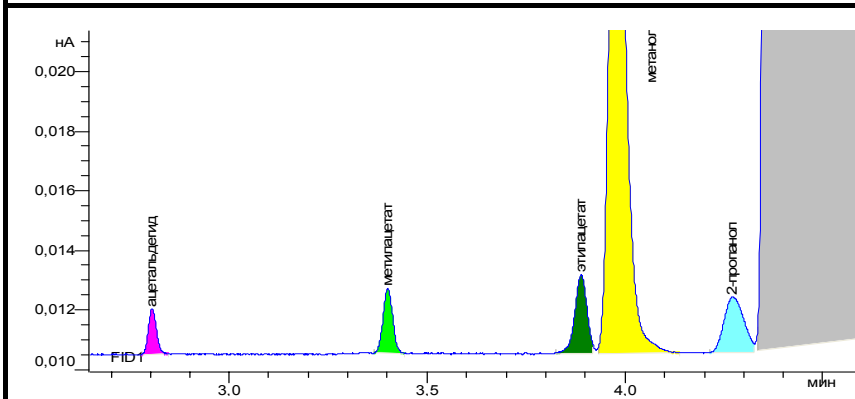


Имя 1-го измерения: PB2 - Quality Control - 1st measurement  
Имя 2-го измерения: PB2 - Quality Control - 2nd measurement  
Имя файла: \\Black\documents\Шаблоны по ГОСТ 51698\Template\_for\_VC\_in Alcohol\_Drinks\_Ethanol\_as\_IS\_rus.uwb



1-ое измерение

Комментарии:



2-ое измерение

Комментарии:

Контроль погрешности  
Паспортные данные

| № слоя-измерения   | 15       |          | 16       |          | Ср, мг/л | Δ, % | Criteria | Δ lim, % | 17 <input checked="" type="checkbox"/> |      |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|------|----------|----------|--|------|
|                    | C1, мг/л | C2, мг/л | C1, мг/л | C2, мг/л |          |      |          |          | C, мг/л                                | Δ, % |
| ацетальдегид       | 11,35    | 11,28    | 11,32    | 11,32    | 11,32    | 0,7  | Ок!      | 15       | 10,88                                  | 4,0  |
| метилацетат        | 11,87    | 11,74    | 11,80    | 11,80    | 11,80    | 1,1  | Ок!      | 15       | 10,52                                  | 12,2 |
| этилацетат         | 11,47    | 11,57    | 11,52    | 11,52    | 11,52    | 0,9  | Ок!      | 15       | 10,47                                  | 10,0 |
| метанол            | 150,30   | 150,37   | 150,33   | 150,33   | 150,33   | 0,0  | Ок!      | 15       | 149,88                                 | 0,3  |
| 2-пропанол         | 11,59    | 11,81    | 11,70    | 11,70    | 11,70    | 1,8  | Ок!      | 15       | 11,70                                  | 0,0  |
| этанол             | 789300   | 789300   | 789300   | 789300   | 789300   | 0,0  |          |          | 789300                                 | 0,0  |
| 1-пропанол         | 9,99     | 9,52     | 9,75     | 9,75     | 9,75     | 4,9  | Ок!      | 15       | 9,74                                   | 0,2  |
| 2-метил-1-пропанол | 10,00    | 9,86     | 9,93     | 9,93     | 9,93     | 1,5  | Ок!      | 15       | 9,95                                   | 0,2  |
| 1-бутанол          | 10,02    | 9,96     | 9,99     | 9,99     | 9,99     | 0,6  | Ок!      | 15       | 10,06                                  | 0,6  |
| 3-метил-1-бутанол  | 10,07    | 10,04    | 10,05    | 10,05    | 10,05    | 0,3  | Ок!      | 15       | 10,18                                  | 1,2  |
| метанол (% v/v)    | 0,0190   | 0,0190   | 0,0190   | 0,0190   | 0,0190   | 0,0  | Ок!      | 15       | 0,0189                                 | 0,3  |
| Сивушные масла     | 40,09    | 39,37    | 39,73    | 39,73    | 39,73    | 1,8  | Ок!      | 15       | 39,92                                  | 0,5  |
| Сложные эфиры      | 23,34    | 23,32    | 23,33    | 23,33    | 23,33    | 0,1  | Ок!      | 15       | 21,00                                  | 11,1 |
| Уксусный альдегид  | 11,35    | 11,28    | 11,32    | 11,32    | 11,32    | 0,7  | Ок!      | 15       | 10,88                                  | 4,0  |

Анализ выполнил(а): \_\_\_\_\_ Шелехова Т.М.

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

Рис. 14. Предварительный просмотр итогового отчета испытания образца РВ-2 с оперативным контролем погрешности.