ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55792— 2013

БРАЖКА ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всерос-сийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБТ Росссельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликероводочная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1595-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БРАЖКА ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей

Brew from food raw material. Gas-chromatographic method for determination of volatile organic admixtures

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бражку из пищевого сырья (далее – бражка) и устанавливает газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей: уксусного альдегида, сложных эфиров (этилформиата, этилацетата, этилпропионата, изоамилацетата, этиллактата, этилкаприлата), компонентов сивушного масла (2-пропанола, 1-пропанола, 1-бутанола, изобутилового спирта, изоамилового спирта, 1-пентанола, фурфурилового спирта, 2-фенилэтанола), метилового спирта, кетонов (ацетона и диацетила), фурфурола, летучих органических кислот (уксусной, изомасляной, масляной, изовалериановой, валериановой, капроновой), гликолей [2,3-бутандиола (*d*-2,3-бутандиола, *l*-2,3-бутандиола), 1,3-бутандиола].

Диапазон измеряемых объемных долей метилового спирта составляет от 0,00020 % до 0,0020 %; массовой концентрации этилформиата, этилпропионата, изоамилацетата, этиллактата, этилкаприлата, 2-пропанола, 1-бутанола, 1-пентанола, фурфурилового спирта, ацетона, диацетила, фурфурола, *d*-2,3-бутандиола – от 1,5 до 20 мг/дм^3; массовой концентрации этилацетата, 1-пропанола, 1,3-бутандиола, изомасляной, масляной, изовалериановой, валериановой, капроновой кислот – от 4,0 до 50 мг/дм^3; массовой концентрации уксусного альдегида, изобутилового спирта, 2-фенилэтанола, *l*-2,3-бутандиола, уксусной кислоты – от 10 до 100 мг/дм^3; изоамилового спирта – от 30 до 350 мг/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

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

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010–76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4212–76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 5830–79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6016–77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10930–74 Реактивы. Фурфурол. Технические условия

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

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

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 30536–2013 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении летучих органических примесей в анализируемой пробе дистиллята, полученного после перегонки бражки, и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором. Продолжительность анализа не более 25 мин.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб – по [1] (подраздел 6.2.1).

4.2 Отобранные пробы фильтруют через мешочный фильтр из плотной ткани по [1] (подраздел 6.2.1).

4.3 Определение содержания летучих органических примесей проводят в дистиллятах, полученных после перегонки бражки по [1] (подраздел 7.3.3).

4.4 Подготавливают анализируемую пробу дистиллята, полученного после перегонки бражки. Для этого в микровиалу вместимостью 2 $см^3$, предварительно ополоснутую пробой дистиллята, пипеткой вместимостью 1 $см^3$ вносят 1 $см^3$ пробы дистиллята, отобранной по 4.1, подготовленной по 4.2, 4.3 и направленной в лабораторию для проведения измерений.

4.5 Для проведения проверки приемлемости результатов в условиях воспроизводимости объем отобранной пробы, направленной в лабораторию для проведения измерений, делят на две части и из каждой части готовят пробу дистиллята, полученного после перегонки бражки, по 4.4.

4.6 Выполнение измерений проводят по 9.3.

5 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе соблюдают:

- правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением – по [2];
- требования взрывобезопасности – по ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности – по ГОСТ Р 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

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

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

6 Требования к условиям измерений

Подготовку проб и измерения проводят в следующих лабораторных условиях:
- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность ..... от 30 % до 80 %;
- частота переменного тока .....(50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети .....(220 ± 1) В.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

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

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 мм^3.

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

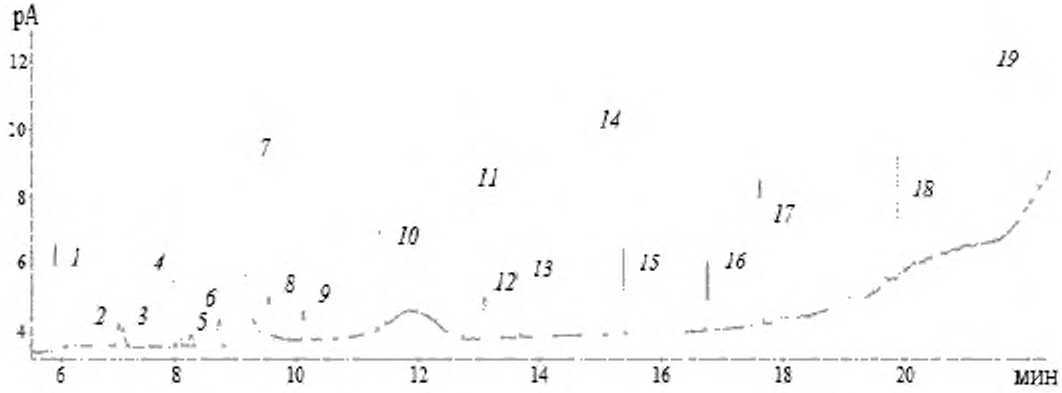
Пипетки 2-2-10, 1-2-20, 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,005–0,05 см^3.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,1–1,0 см^3.

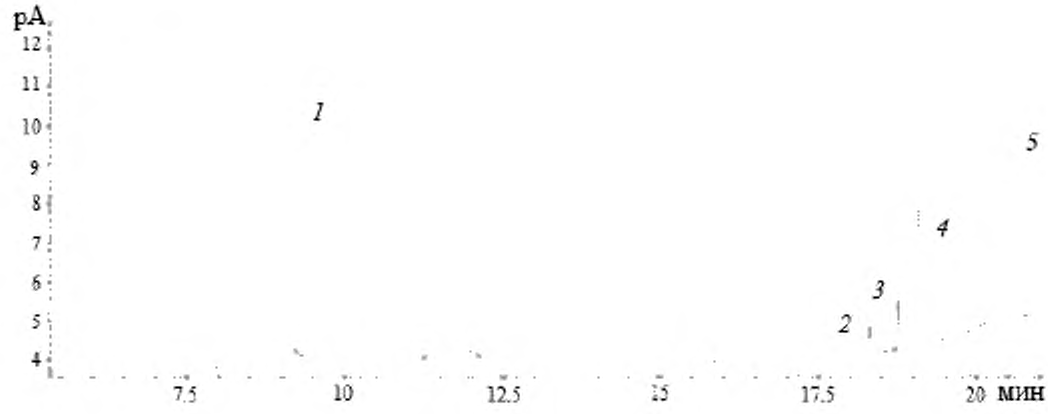
Микровиалы вместимостью 2 см^3 с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

Колонка газохроматографическая капиллярная с нанесенной жидкой фазой – полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунках 1, 2, 3.



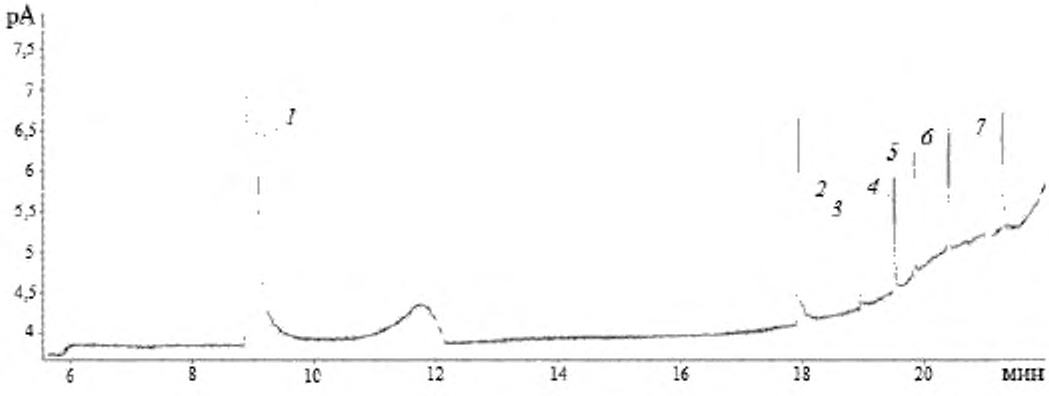
1 – уксусный альдегид; *2* – ацетон; *3* – этилформиат; *4* – этилацетат; *5* – метанол; *6* – 2-пропанол; *7* – этанол; *8* – этилпропионат; *9* – диацетил, *10* – 1-пропанол, *11* – изобутиловый спирт; *12* – изоамилацетат; *13* – 1-бутанол; *14* – изоамиловый спирт, *15* – 1-пентанол; *16* – этиллактат; *17* – этилкаприлат; *18* – фурфуриловый спирт; *19* – 2-фенилэтанол

Рисунок 1 – Хроматограмма градуировочной смеси для определения содержания альдегидов, сложных эфиров, компонентов сивушного масла, кетонов, метилового спирта



1 – этанол; *2* – фурфурол; *3* – *d*-2,3-бутандиол; *4* – *l*-2,3-бутандиол; *5* – 1,3-бутандиол

Рисунок 2 – Хроматограмма градуировочной смеси для определения содержания фурфурола, гликолей



1 – этиловый спирт; *2* – уксусная кислота; *3* – изомасляная кислота, *4* – масляная кислота; *5* – изовалериановая кислота; *6* – валериановая кислота; *7* – капроновая кислота

Рисунок 3 – Хроматограмма градуировочной смеси для определения содержания летучих органических кислот

Компьютер, имеющий программное обеспечение, обеспечивающее управление работой газового хроматографа и обработку результатов измерений.

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

Фильтр мешочный из плотной ткани.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Фурфурол по ГОСТ 10930.

Альдегид уксусный массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Метанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилформиат (этиловый эфир муравьиной кислоты) массовой долей основного вещества не

менее 98 %.

Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилпропионат (этиловый эфир пропионовой кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Изоамилацетат (изоамиловый эфир уксусной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этиллактат (этиловый эфир молочной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилкаприлат (этиловый эфир каприловой кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

1-пропанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

2-пропанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

1-бутанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

1-пентанол массовой долей основного вещества не менее 98 %.

2-фенилэтанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Диацетил массовой долей основного вещества не менее 97 %.

Кислота уксусная массовой долей основного вещества не менее 100 %.

Кислота изомасляная массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота масляная массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота изовалериановая массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота валериановая массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Кислота капроновая массовой долей основного вещества не менее 99 %.

2,3-бутандиол массовой долей основного вещества не менее 98 %.

1,3-бутандиол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Спирт фурфуриловый массовой долей основного вещества не менее 98 %.

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

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

Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушные компрессоры, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха согласно инструкции по эксплуатации газового хроматографа.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками и по качеству не хуже указанных.

8 Подготовка к выполнению измерений

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

8.2 Кондиционирование капиллярной колонки

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

8.2.2 Перед проведением анализа кондиционирование колонки проводят при температуре термостата колонок 220 °С до стабилизации базовой линии (30–40 мин).

8.3 Приготовление градуировочных смесей

Градуировочные смеси, содержащие альдегиды, сложные эфиры, компоненты сивушного масла, кетоны, метиловый спирт, готовят в соответствии с процедурой, изложенной в приложении А.

Градуировочные смеси, содержащие фурфурол, гликоли, готовят в соответствии с процедурой, изложенной в приложении Б.

Градуировочные смеси, содержащие летучие органические кислоты, готовят в соответствии с процедурой, изложенной в приложении В.

9 Выполнение измерений

9.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

- температура детектора, °С	220–230;
- температура испарителя (инжектора), °С	1 210;
- коэффициент деления потока	2 20 : 1;
- начальная температура термостата колонок, °С	75;
- выдержка, мин	0,1;
- скорость охлаждения термостата колонок до температуры 55 °С, °С/мин.	10;
- выдержка, мин	7;
- скорость нагрева термостата колонок до температуры 220 °С, °С/ мин	15;
- выдержка, мин	10;
- газ носитель	азот сжатый;
- скорость потока газа-носителя, дм^3/ч	0,048–0,072;
- скорость потока воздуха, дм^3/ч	18;
- объем пробы, мм^3	0,5–1,0.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием потока газа-носителя, обеспечивающих разделение веществ, аналогичное приведенным на рисунках 1–3.

9.2 Градуировка хроматографа

Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех экземпляров из каждого комплекта градуировочных смесей, приготовленных по приложениям А, Б и В. Хроматографируют каждую градуировочную смесь. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовые хроматограммы градуировочных смесей для определения содержания альдегидов, сложных эфиров, компонентов сивушного масла, кетонов, метилового спирта, фурфурола, гликолей, летучих органических кислот в бражке приведены на рисунках 1–3.

Для получения градуировочной характеристики экспериментальные данные обрабатывают методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения. Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

Градуировку хроматографа проводят также при смене хроматографической колонки, градуировочных смесей, после проведения ремонтных работ.

Для пересчета объемной доли определяемого вещества X, %, в массовую концентрацию c, мг/дм^3, используют формулу

$$c = X \cdot 10000 \cdot \rho, \quad (1)$$

где X – объемные доли веществ, которые берут при приготовлении смесей (см. приложение А, А.2.2 – А.2.5, приложение Б, Б.2.2 – Б.2.4, приложение В, В.2.2 – В.2.4,);

10000 – множитель для пересчета объемной доли, %, в массовую концентрацию, мг/дм^3;

ρ – плотность данного вещества при температуре 20 °С, г/см^3.

9.3 Выполнение измерений

Перед началом измерений проводят «холостой» анализ (без ввода пробы) в условиях, указанных в 9.1. При наличии на хроматограмме пиков, не относящихся к высокочастотному шуму, проводят кондиционирование колонки по 8.2.2.

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10, 5 или 1 мм^3 вводят 0,5 (1,0) мм^3 анализируемые пробы дистиллята, полученного после перегонки бражки, и выполняют хроматографическое разделение в условиях, указанных в 9.1.

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси. Считают, что вещество отсутствует в анализируемой пробе, если отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума не превышает значение 2 : 1.

Пробу анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 (пункт 3.14).

Если измеренная объемная доля метанола и массовая концентрация анализируемых веществ в пробе дистиллята, полученного после перегонки бражки, превышает верхнюю границу диапазона измерений (см. таблицу 1), анализируемую пробу разбавляют не более чем в 10 раз водно-спиртовым раствором объемной долей этилового спирта 10 %. Коэффициент разбавления учитывают при расчете объемной доли метанола и массовой концентрации анализируемых веществ. При разбавлении учитывают содержание встречных примесей в разбавителе.

Таблица 1

Определяемое вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_r, σ_r,%	Предел повторяемости r, r_i, % (P = 0,95, n = 2)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_R, σ_{Ri}, %	Границы относительной погрешности, $\pm \delta_i$, $\pm \delta$, % (P = 0,95, n = 2)
Этилформиат, мг/дм^3	От 1,5 до 10 включ.	9	25	12	25
	Св. 10 » 20 »	7	20	10	20
Этилпропионат, мг/дм^3	То же	То же	То же	То же	То же
Изоамилацетат, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Этиллактат,мг/дм^3	»	»	»	»	»
Этилкаприлат, мг/дм^3	»	»	»	»	»
2-пропанол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
1-бутанол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
1-пентанол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Фурфуриловый спирт, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Ацетон, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Диацетил, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Фурфурол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
d-2,3-бутандиол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Этилацетат, мг/дм^3	От 4,0 до 10 включ.	7	20	10	20
	Св. 10 » 50 »	5	14	7	15
1-пропанол, мг/дм^3	То же	То же	То же	То же	То же
1,3-бутандиол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Изомасляная кислота, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Масляная кислота, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Изовалериановая кислота, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Валериановая кислота, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Капроновая кислота, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Уксусный альдегид, мг/дм^3	От 10 до 50 включ.	9	25	12	25
	Св.50 » 100 »	7	20	10	20
Изобутиловый спирт, мг/дм^3	То же	То же	То же	То же	То же
2-фенилэтанол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
l-2,3-бутандиол, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Уксусная кислота, мг/дм^3	»	»	»	»	»
Изоамиловый спирт, мг/дм^3	От 30 до 50	7	20	10	20
	Св. 50 » 350 »	5	14	7	15

Окончание таблицы1

Определяемое вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций или объемных долей	Показатель повторяемости (ОСКО* повторяемости) σ_r, σ_r%	Предел повторяемости r, r_i, % (P = 0,95, n = 2)	Показатель воспроизводимости (ОСКО* воспроизводимости) σ_R, σ_{Ri}, %	Границы относительной погрешности, ± δ_i, ± δ, % (P = 0,95, n = 2)
Метиловый спирт, объемная доля, %	От 0,00020 до 0,0010 включ. Св. 0,0010 » 0,0020 »	9 7	25 20	13 10	26 20

* ОСКО – относительное среднеквадратическое отклонение.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящего в комплект хроматографа персонального компьютера, в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Диапазоны измеряемых массовых концентраций определяемых веществ и объемных долей метилового спирта, показатели повторяемости и воспроизводимости, предел повторяемости и границы относительной погрешности приведены в таблице 1.

10.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации i-го вещества или объемной доли метилового спирта, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формулам:

$$\frac{2\cdot\left|C_{i1}-C_{i2}\right|\cdot 100}{\left(C_{i1}+C_{i2}\right)}\le r_i \qquad (2)$$

и

$$\frac{2\cdot\left|X_1-X_2\right|\cdot 100}{\left(X_1+X_2\right)}\le r, \qquad (3)$$

где 2 – число параллельных измерений;

C_{i1}, C_{i2} – результаты параллельных определений массовой концентрации i-го вещества (кроме метилового спирта) в анализируемой пробе, мг/дм^3;

X_1, X_2 – результаты параллельных определений объемной доли метилового спирта в анализируемой пробе, %;

100 – множитель для пересчета в проценты;

r_i, r – значение предела повторяемости (таблица 1) i–го вещества и метилового спирта, %.

Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 9.3.

10.3 Результат измерений представляют в виде

$$C_{icp} \pm \Delta_{ic}\ (P = 0{,}95),\ \text{мг/дм}^3;$$
$$X_{cp} \pm \Delta_x\ (P = 0{,}95),\ \text{объемная доля, \%},$$

где C_{icp} – среднеарифметическое значение n результатов измерений массовой концентрации i-го вещества (кроме метанола), признанных приемлемыми, мг/дм^3;

± Δ_{ic} – границы абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации i-го вещества (кроме метанола), мг/дм^3;

X_{cp} – среднеарифметическое значение n результатов измерений объемной доли метанола, признанных приемлемыми, %;

± Δ_x – границы абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метанола, %.

Значение абсолютной погрешности результата измерений массовой концентрации i-го веще-

ства (кроме метанола) ± Δ_{ic}, мг/дм^3, и значение абсолютной погрешности результата измерений объемной доли метанола ± Δ_x, %, вычисляют по формулам:

$$\pm \Delta_{ic} = \pm 0{,}01 \cdot \delta_i \cdot C_{icp} \quad (4)$$

и

$$\pm \Delta_x = \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{cp}, \quad (5)$$

где 0,01 – множитель для пересчета процентов в доли единицы;

± δ_i, ± δ – границы относительной погрешности измерений массовой концентрации *i*-го вещества и объемной доли метилового спирта приведены в таблице 1, %.

10.4 Значения абсолютной погрешности результатов измерений должны содержать не более двух значащих цифр, при этом числовое значение результата измерений (C_{icp} и X_{cp}) после округления должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности.

Результаты измерений массовой концентрации сложных эфиров (этилформиата, этилацетата, этилпропионата, изоамилацетата, этиллактата, этилкаприлата), компонентов сивушного масла (2-пропанола, 1-пропанола, 1-бутанола, изобутилового, изоамилового спиртов, 1-пентанола, фурфурилового спирта и 2-фенилэтанола), уксусного альдегида, кетонов (ацетона, диацетила), фурфурола, 1,3-бутандиола, летучих органических кислот (уксусной, изомасляной, масляной, изовалериановой, валериановой, капроновой) представляют в мг/дм^3.

Результаты измерений содержания 2,3-бутандиола представляют как сумму измеренных массовых концентраций *d*-2,3-бутандиола и *l*-2,3-бутандиола в мг/дм^3.

Результаты измерений объемной доли метилового спирта представляют в процентах.

10.5 В случае, если содержание компонента ниже [при выполнении условия: отношение сигнала (высоты пика) к уровню шума не менее 2 : 1] или выше границ диапазона измерений, установленных таблицей 1, результаты представляют в виде:

$C_{icp} < C_{imин}$, мг/дм^3 или $C_{icp} > C_{imакс}$, мг/дм^3 – для соответствующего *i*-го компонента и $X_{cp} < 0{,}00020$ % или $X_{cp} > 0{,}0020$ % – для объемной доли метилового спирта.

11 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

11.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

11.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{i0.95}$ или $CD_{0,95}$ по формулам:

$$|C_{icp1} - C_{icp2}| \le CD_{i0.95} \quad (6)$$

и

$$|X_{cp1} - X_{cp2}| \le CD_{0.95}, \quad (7)$$

где C_{icp1}, C_{icp2} – среднеарифметические значения результатов измерений массовой концентрации *i*-го вещества, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 10.2, мг/дм^3;

X_{cp1}, X_{cp2} – среднеарифметические значения результатов измерений объемной доли метилового спирта, полученные в первой и второй лабораториях в соответствии с 10.2, %;

$CD_{i0,95}$, $CD_{0.95}$ – значения критической разности для массовой концентрации *i*-го вещества, мг/дм^3, и объемной доли метилового спирта, %, которые вычисляют по формулам:

$$CD_{i\ 0,95} = 2{,}77 \cdot 0{,}01 \cdot C_{icp1,2} \sqrt{\sigma^2_{R_i} - \sigma^2_{r_i}/2} \quad (8)$$

и

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \cdot 0{,}01 \cdot X_{cpl,2} \sqrt{\sigma^2_R - \sigma^2_r/2}, \quad (9)$$

где 2,77 – коэффициент критического диапазона для двух параллельных измерений по ГОСТ Р

ИСО 5725-6 (пункт 4.1.2);

0,01 – множитель для перехода от процентов к абсолютным значениям или объемной доле;

σ_{Ri}, σ_R – показатели воспроизводимости (таблица 1) i-го вещества и метилового спирта, %, соответственно;

σ_{ri}, σ_r – показатели повторяемости (таблица 1) i-го вещества и метилового спирта, %, соответственно;

$C_{icp1,2}$ – среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации i-го вещества (кроме метанола), полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$X_{cp1,2}$ – среднеарифметическое значение результатов измерений объемной доли метилового спирта, полученное в первой и второй лабораториях, %.

$C_{icp1,2}$ и $X_{cp1,2}$ вычисляют по формулам:

$$C_{i\,cp1,2} = \frac{C_{i\,cp1} + C_{i\,cp2}}{2} \qquad (10)$$

и

$$X_{cp1,2} = \frac{X_{cp1} + X_{cp2}}{2}, \qquad (11)$$

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

12 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории выполняют, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3) и контроля стабильности показателя правильности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункты 6.2.4 или 6.2.5) с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (пункт 4.2) и ГОСТ Р 8.563 (пункт 7.1.1).

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют и устраняют причины этих отклонений.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности – по ГОСТ 30536 (приложение В).

Контроль стабильности показателя правильности результатов измерений проводят с использованием в качестве пробы для контроля одного из экземпляров градуировочных смесей, приготовленных по приложениям А, Б или В, не используемых при градуировке прибора.

Примеры построения карты Шухарта для контроля стабильности показателя правильности – по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункты по 6.2.4.3 или 6.2.5.3).

Приложение А
(обязательное)

Методика приготовления градуировочных смесей для анализа бражки на содержание альдегидов, сложных эфиров, компонентов сивушного масла, кетонов, метилового спирта

А.1 Средства измерений, реактивы, материалы и посуда

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-10, 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,005–0,05 $см^3$.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,1–1,0 $см^3$.

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

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Альдегид уксусный массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Метанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилформиат (этиловый эфир муравьиной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилпропионат (этиловый эфир пропионовой кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Изоамилацетат (изоамиловый эфир уксусной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этиллактат (этиловый эфир молочной кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилкаприлат (этиловый эфир каприловой кислоты) массовой долей основного вещества не менее 99 %.

1-пропанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

2-пропанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

1-бутанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

1-пентанол массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Фурфуриловый спирт массовой долей основного вещества не менее 98 %.

2-фенилэтанол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Диацетил массовой долей основного вещества не менее 97 %.

Допускается применение других средств измерения, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками и по качеству не хуже указанных.

А.2 Процедура приготовления градуировочных смесей (ГС1Б-1, ГС1Б-2, ГС1Б-3)

А.2.1 Приготовление градуировочных смесей проводят при температуре (20 ± 2) °С в вытяжном шкафу.

А.2.2 Приготовление исходной градуировочной смеси, содержащей:

- ацетон, этилформиат, 2-пропанол, этилпропионат, диацетил, изоамилацетат, 1-бутанол, 1-пентанол, этиллактат, этилкаприлат, фурфуриловый спирт, метиловый спирт объемной долей вещества 0,02 %;
- этилацетат, 1-пропанол объемной долей вещества 0,05 %;
- ацетальдегид, изобутиловый спирт, 2-фенилэтанол объемной долей вещества 0,1 %;
- изоамиловый спирт объемной долей вещества 0,4 %.

А.2.2.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 40–50 $см^3$ этилового ректификованного спирта. Затем микродозатором вместимостью 0,005–0,05 $см^3$ вносят по 0,02 $см^3$ ацетона, этилформиата, 2-пропанола, метилового спирта, этилпропионата, диацетила, изоамилацетата, 1-бутанола, 1-пентанола, этиллактата, этилкаприлата, фурфурилового спирта и по 0,05 $см^3$ этилацетата, 1-пропанола; микродозатором вместимостью 0,1–1,0 $см^3$ вносят по 0,1 $см^3$ уксусного альдегида, изобутилового спирта, 2-фенилэтанола и 0,4 $см^3$ изоамилового спирта.

А.2.2.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре (20,0 ± 0,2) °С в течение 25 мин и доводят до метки этиловым ректификованным спиртом.

А.2.2.3 Границы относительной погрешности объемной доли метанола в исходной градуировочной смеси при P = 0,95 составляют ± 5 %, массовой концентрации остальных веществ – ± 3 %.

А.2.3 Приготовление градуировочной смеси (ГС1Б-1), содержащей:

- ацетон, этилформиат, 2-пропанол, этилпропионат, диацетил, изоамилацетат, 1-бутанол, 1-пентанол, этиллактат, этилкаприлат, фурфуриловый спирт, метиловый спирт объемной долей вещества 0,002 %;
- этилацетат, 1-пропанол объемной долей вещества 0,005 %;
- ацетальдегид, изобутиловый спирт, 2-фенилэтанол объемной долей вещества 0,01 %;
- изоамиловый спирт объемной долей вещества 0,04 %.

А.2.3.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 40–50 $см^3$ дистиллированной воды и пипеткой вместимостью 10 $см^3$ вносят 10 $см^3$ исходной градуировочной смеси, приготовленной по А.2.2.

А.2.3.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре (20,0 ± 0,2) °С в течение 25 мин и доводят до метки дистиллированной водой.

А.2.3.3 Границы относительной погрешности объемной доли метанола в градуировочной смеси ГС1Б-1 при P = 0,95 составляют ± 5 %, массовой концентрации остальных веществ – ± 3 %.

А.2.4 Приготовление градуировочной смеси (ГС1Б-2), содержащей:

- ацетон, этилформиат, 2-пропанол, этилпропионат, диацетил, изоамилацетат, 1-бутанол, 1-пентанол, этиллактат, этилкаприлат, фурфуриловый спирт, метиловый спирт объемной долей вещества 0,001 %;
- этилацетат, 1-пропанол объемной долей вещества 0,0025 %;
- ацетальдегид, изобутиловый спирт, 2-фенилэтанол объемной долей вещества 0,005 %;
- изоамиловый спирт объемной долей вещества 0,02 %.

А.2.4.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 30–40 см^3 водно-спиртового раствора объемной долей этилового спирта 10 % и пипеткой вместимостью 50 см^3 вносят 50 см^3 градуировочной смеси ГС1Б-1, приготовленной по А.2.3.

А.2.4.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре (20,0 ± 0,2) °С в течение 25 мин и доводят до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового спирта 10 %.

А.2.4.3 Границы относительной погрешности объемной доли метанола в градуировочной смеси ГС1Б-2 при P = 0,95 составляют ± 5 %, массовой концентрации остальных веществ – ± 3 %.

А.2.5 Приготовление градуировочной смеси (ГС1Б-3), содержащей:

- ацетон, этилформиат, 2-пропанол, этилпропионат, диацетил, изоамилацетат, 1-бутанол, 1-пентанол, этиллактат, этилкаприлат, фурфуриловый спирт, метиловый спирт объемной долей вещества 0,0002 %;
- этилацетат, 1-пропанол объемной долей вещества 0,0005 %;
- ацетальдегид, изобутиловый спирт, 2-фенилэтанол объемной долей вещества 0,001 %;
- изоамиловый спирт объемной долей вещества 0,004 %.

А.2.5.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 30–40 см^3 водно-спиртового раствора объемной долей этилового спирта 10 % и пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 градуировочной смеси ГС1Б-1, приготовленной по А.2.3.

Далее повторяют операции по А.2.4.2.

А.2.5.2 Границы относительной погрешности объемной доли метанола и массовой концентрации остальных веществ в градуировочной смеси ГС1Б-3 при P = 0,95 составляют ± 5 %.

А.3 Условия хранения

Срок хранения градуировочных смесей, приготовленных по А.2, в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С в герметично закрытой посуде – не более 6 мес.

Приложение Б
(обязательное)

Методика приготовления градуировочных смесей для анализа бражки на содержание фурфурола, гликолей

Б.1 Средства измерений, реактивы, материалы и посуда

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-10, 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,0005–0,01 $см^3$.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,005–0,05 $см^3$.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный ГОСТ 5962.

Фурфурол по ГОСТ 10930.

2,3-бутандиол массовой долей основного вещества не менее 98 %.

1,3-бутандиол массовой долей основного вещества не менее 99 %.

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

Б.2 Процедура приготовления градуировочных смесей (ГС2Б-1, ГС2Б-2, ГС2Б-3)

Б.2.1 Приготовление градуировочных смесей проводят при температуре (20 ± 2) °С в вытяжном шкафу.

Б.2.2 Приготовление градуировочной смеси ГС2Б-1, содержащей:

- фурфурол объемной долей вещества 0,002 %;
- 2,3-бутандиол, 1,3-бутандиол объемной долей вещества 0,005 %.

Б.2.2.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 40–50 $см^3$ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 10 % и микродозатором вместимостью 0,0005–0,01 $см^3$ вносят 0,002 $см^3$ фурфурола и по 0,005 $см^3$ 2,3-бутандиола, 1,3-бутандиола.

Б.2.2.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре (20,0 ± 0,2) °С в течение 25 мин и доводят до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 10 %.

Б.2.2.3 Границы относительной погрешности объемной доли компонентов градуировочной смеси ГС2Б-1 при P = 0,95 составляют ± 3 %.

Б.2.3 Приготовление градуировочной смеси ГС2Б-2, содержащей:

- фурфурол объемной долей вещества 0,001 %;
- 2,3-бутандиол, 1,3-бутандиол объемной долей вещества 0,0025 %.

Б.2.3.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 30–40 $см^3$ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 10 % пипеткой вместимостью 50 $см^3$ вносят 50 $см^3$ градуировочной смеси ГС2Б-1, приготовленной по Б.2.2. Далее повторяют операции по Б.2.2.2.

Б.2.3.2 Границы относительной погрешности объемной доли компонентов градуировочной смеси ГС2Б-2 при P = 0,95 составляют ± 3 %.

Б.2.4 Приготовление градуировочной смеси ГС2Б-3, содержащей:

- фурфурол объемной долей вещества 0,0002 %;
- 2,3-бутандиол, 1,3-бутандиол объемной долей вещества 0,0005 %.

Б.2.4.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 40–50 $см^3$ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 10 %, пипеткой вместимостью 10 $см^3$ вносят 10 $см^3$ градуировочной смеси ГС2Б-1, приготовленной по Б.2.2. Далее повторяют операции по Б.2.2.2.

Б.2.4.2 Границы относительной погрешности объемной доли компонентов градуировочной смеси ГС2Б-3 при P = 0,95 составляют ± 5 %.

Б.3 Условия хранения

Срок хранения градуировочных смесей, приготовленных по Б.2, хранят в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С в герметично закрытой посуде – не более 6 мес.

Приложение В
(обязательное)

Методика приготовления градуировочных смесей для анализа бражки на содержание летучих органических кислот

В.1 Средства измерений, реактивы, материалы и посуда

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-20, 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменной вместимостью 0,0005–0,01 $см^3$.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Кислота уксусная массовой долей основного вещества не менее 100 %.

Кислота изомасляная массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота масляная массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота изовалериановая массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота валериановая массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота капроновая массовой долей основного вещества не менее 99 %.

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

В.2 Процедура приготовления градуировочных смесей (ГСЗБ-1, ГСЗБ-2, ГСЗБ-3)

В.2.1 Приготовление градуировочных смесей проводят при температуре (20 ± 2) °С в вытяжном шкафу.

В.2.2 Приготовление градуировочной смеси ГСЗБ-1, содержащей:

- уксусную кислоту объемной долей вещества 0,01 %;

- изомасляную, масляную, изовалериановую, валериановую, капроновую кислоту объемной долей вещества 0,005 %.

В.2.2.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 40–50 $см^3$ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 10 % и микродозатором вместимостью 0,0005–0,01$см^3$ вносят 0,01 $см^3$ уксусной кислоты и по 0,005 $см^3$ изомасляной, масляной, изовалериановой, валериановой, капроновой кислот.

В.2.2.2 Содержимое колбы перемешивают, выдерживают при температуре (20,0 ± 0,2) °С в течение 25 мин и доводят до метки водно-спиртовым раствором объемной долей этилового ректификованного спирта 10 %.

В.2.2.3 Границы относительной погрешности объемной доли компонентов градуировочной смеси ГСЗБ-1 при P = 0,95 составляют ± 3 %.

В.2.3 Приготовление градуировочной смеси ГСЗБ-2, содержащей:

- уксусную кислоту объемной долей вещества 0,005 %;

- изомасляную, масляную, изовалериановую, валериановую, капроновую кислоту объемной долей вещества 0,0025 %.

В.2.3.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 30–40 $см^3$ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 10 % и пипеткой вместимостью 50 $см^3$ вносят 50 $см^3$ градуировочной смеси, приготовленной по В.2.2. Далее повторяют операции по В.2.2.2.

В.2.3.2 Границы относительной погрешности объемной доли компонентов градуировочной смеси ГСЗБ-2 при P = 0,95 составляют ± 3 %.

В.2.4 Приготовление градуировочной смеси ГСЗБ-3, содержащей:

- уксусную кислоту объемной долей вещества 0,002 %;

- изомасляную, масляную, изовалериановую, валериановую, капроновую кислоту объемной долей вещества 0,001 %.

В.2.4.1 В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ наливают 30–40 $см^3$ водно-спиртового раствора объемной долей этилового ректификованного спирта 10 % и пипеткой вместимостью 20 $см^3$ вносят 20 $см^3$ градуировочной смеси, приготовленной по В.2.2. Далее повторяют операции по В.2.2.2.

В.2.4.2 Границы относительной погрешности объемной доли компонентов градуировочной смеси ГСЗБ-3 при P = 0,95 составляют ± 5 %.

В.3 Условия хранения

Срок хранения градуировочных смесей, приготовленных по В.2, хранят в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С в герметично закрытой посуде – не более 6 мес.

Библиография

[1] «Инструкция по технохимическому и микробиологическому контролю спиртового производства». Утверждена Федеральным агентством по сельскому хозяйству, 2005 г. – М

[2] ПБ 03-576–2003 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором России. М

УДК 663.52:006.354 ОКС 67.160.10

Ключевые слова: бражка из пищевого сырья, уксусный альдегид, сложные эфиры (этилформиат, этилацетат, этилпропионат, изоамилацетат, этиллактат, этилкаприлат), компоненты сивушного масла (2-пропанол, 1-пропанол, 1-бутанол, изобутиловый спирт, изоамиловый спирт, фурфуриловый спирт, 2-фенилэтанол), метиловый спирт, кетоны (ацетон и диацетил), фурфурол, летучие органические кислоты (уксусная, изомасляная, масляная, изовалериановая, валериановая, капроновая), гликоли [2,3-бутандиол (*d*-2,3-бутандиола, *l*-2,3-бутандиола), 1,3-бутандиол], градуировочная смесь, хроматограмма анализа, газохроматографический метод

Подписано в печать 01.10.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 56 экз. Зак. 3507

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru