МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34675— 2020

ДИСТИЛЛЯТЫ ЗЕРНОВЫЕ И РОМОВЫЕ, ДИСТИЛЛЯТ ВИСКИ, НАПИТКИ СПИРТНЫЕ НА ИХ ОСНОВЕ

Газохроматографический метод определения концентрации летучих компонентов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии — филиалом Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ВНИИПБТ — филиал ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2020 г. № 132-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 сентября 2020 г. № 704-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34675—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 2
4 Условия проведения измерений . . . 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы . . . 2
6 Отбор и подготовка проб . . . 4
7 Подготовка к проведению измерений . . . 4
8 Проведение измерений . . . 6
9 Обработка результатов измерений . . . 8
10 Контроль точности результатов измерений . . . 10
11 Требования безопасности . . . 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДИСТИЛЛЯТЫ ЗЕРНОВЫЕ И РОМОВЫЕ, ДИСТИЛЛЯТ ВИСКИ, НАПИТКИ СПИРТНЫЕ НА ИХ ОСНОВЕ

Газохроматографический метод определения концентрации летучих компонентов

Grain and rum distillates, distillate of whiskey alcohol beverages based on them. Gas chromatographic method for determination of concentration of volatile components

Дата введения — 2021—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерновые и ромовые дистилляты, дистиллят виски (далее — дистилляты), спиртные напитки на их основе (далее — спиртные напитки) и устанавливает газохроматографический метод измерений массовой концентрации/объемной доли летучих компонентов с использованием капиллярных колонок (для определения метилового спирта, сивушного масла, уксусного альдегида, сложных эфиров и фурфурола), присутствие которых характерно для дистиллятов и напитков.

Диапазон измерений составляет:

- от 0,0025 % до 0,10 % объемной доли метилового спирта;
- от 10 до 400 мг/дм^3 массовой концентрации уксусного альдегида (ацетальдегида) и диэтилацеталь ацетальдегида (ацеталя);
- от 30 до 1200 мг/дм^3 массовой концентрации этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата), изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола) и изоамилового спирта (2-метил-1-бутанола);
- от 40 до 1600 мг/дм^3 массовой концентрации пропилового спирта (1-пропанола);
- от 60 до 2400 мг/дм^3 изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола);
- от 0,50 до 30 мг/дм^3 фурфурола.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3639 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32036—2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 32080 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ ИСО 5725-2—2003[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ителям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении с использованием капиллярных колонок летучих компонентов в дистиллятах и спиртных напитках и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

Продолжительность анализа — 18—25 мин.

4 Условия проведения измерений

При проведении измерений массовой концентрации летучих компонентов соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа ..... 84—106;
- относительная влажность воздуха, % ..... 30—80;
- частота переменного тока, Гц ..... (50 ± 1);
- напряжение в сети, В ..... (220 ± 22).

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором (предел детектирования — не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с).

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Колонка газохроматографическая капиллярная с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной нанесения фазы 0,20 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному в 8.1.

Компьютер, имеющий программное обеспечение.

Газ-носитель — азот, ос. 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 любого типа, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Ареометры стеклянные для спирта типа АСП-1 или АСП-2 по ГОСТ 18481.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений температур от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 0,1 °С и пределом допускаемой погрешности ± 0,2 °С.

Каплеуловитель КО-14/23—60 ХС или КО-60 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100—2, 2—200—2, 2—250—2, 2—500—2, 1—200—2, 1—250—2, 1—500—2 по ГОСТ 1770.

Колбы К-1—500—29/32 ТХС, К-1—1000—29/32 ТХС или П-1—500—29/32 ТС, П-1—1000—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1—2—1—25, 1—2—1—5 по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной меткой 2—2—10, 2—2—20, 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Микродозатор с переменным объемом от 20 до 200 мм^3, относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема ± 0,8 %.

Микродозатор с переменным объемом от 100 до 1000 мм^3, относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема ± 2,5 %.

Холодильник стеклянный лабораторный ХШ-1—400—29/32 ХС или ХПТ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1 50/335 по ГОСТ 18481 или 1—250—2 и 1—500—2 по ГОСТ 1770.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Микрошприц вместимостью 1,5 и 10 мм^3.

Микровиалы вместимостью от 2 до 20 см^3 с тефлонированной уплотнительной мембраной и плотно прилегающей крышкой.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья «Люкс» и объемной долей метилового спирта менее 0,0001 % по ГОСТ 5962.

Холодильник бытовой.

Шкаф вытяжной.

Весы лабораторные с диапазоном взвешивания от 0,01 до 220 г, с погрешностью 0,0003 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Альдегид уксусный (ацетальдегид) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Эфир этиловый уксусной кислоты (этилацетат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Спирт пропиловый (1-пропанол) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Спирт изобутиловый (2-метил-1-пропанол) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Спирт изоамиловый (2-метил-1-бутанол, 3-метил-1-бутанол) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Спирт метиловый (метанол) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Диэтилацеталь ацетальдегида (ацеталь) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Фурфурол с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Установка лабораторная для перегонки спирта, состоящая из перегонной (плоскодонной или круглодонной) колбы, соединенной через каплеуловитель с зашлифованной нижней частью холодильника. Холодильник соединен с приемной колбой стеклянной трубкой с вытянутым узким концом, который должен доходить почти до дна приемной колбы, но не касаться его. Все соединения установки должны быть собраны на шлифах.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб дистиллятов — по ГОСТ 32036, спиртных напитков — по ГОСТ 32080.

6.2 Процедура измерений массовой концентрации/объемной доли летучих компонентов для невыдержанных дистиллятов и прозрачных спиртных напитков предусматривает их прямой ввод в испаритель (инжектор) хроматографа. Перед выполнением измерений дистилляты и спиртные напитки разбавляют дистиллированной водой до получения раствора с объемной долей этилового спирта 40 %. Объем дистиллята, который необходимо взять для разбавления, V_1, см^3, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{\varphi_2 \cdot V_2}{\varphi_1}, \quad (1)$$

где φ_2 — объемная доля этилового спирта в дистилляте, полученная после разбавления, %;

V_2 — объем приготавливаемого дистиллята с объемной долей этилового спирта 40 %, см^3;

φ_1 — объемная доля этилового спирта в дистилляте до разбавления, измеренная в соответствии с ГОСТ 3639, %.

Измерение массовой концентрации/объемной доли летучих компонентов для выдержанных дистиллятов и спиртных напитков проводят после предварительной перегонки по ГОСТ 32036—2013 (пункт 6.7.4а.1).

Для проведения измерений подготавливают две параллельные пробы.

6.3 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 по 6.2.

7 Подготовка к проведению измерений

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

7.2 Кондиционирование капиллярной колонки

7.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью от 0,048 до 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.

7.2.2 При нестабильной базовой линии в процессе работы кондиционирование капиллярной колонки проводят при температуре 200 °С, не отсоединяя от детектора.

7.3 Приготовление градуировочных смесей

7.3.1 Приготовление исходной смеси

Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

В качестве градуировочных смесей используют межгосударственные стандартные образцы состава. При их отсутствии градуировочные смеси готовят из реактивов, указанных в разделе 5, по следующей процедуре.

Навески чистых веществ, взятые в соответствии с таблицей 1 с точностью до 0,001 г, взвешивают в мерной колбе с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3, предварительно заполненной 50 см^3 водно-спиртового раствора с объемной долей этилового спирта 40 %. Содержимое колбы перемешивают, выдерживают 25 мин при температуре (20 ± 2) °С на водяной бане и доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

Таблица 1

Наименование вещества	Навеска, г
Уксусный альдегид (ацетальдегид)	0,100
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат)	0,300

Окончание таблицы 1

Наименование вещества	Навеска, г
Метиловый спирт (метанол)	0,200
Пропиловый спирт (1-пропанол)	0,400
Изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол)	0,300
Диэтилацеталь ацетальдегид (ацеталь)	0,100
Изоамиловый спирт (2-метил-1-бутанол)	0,300
Изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол)	0,600

Точную массовую концентрацию веществ C, г/см^3, в приготовленном растворе вычисляют с учетом массовой доли основного вещества по формуле

$$C = \frac{m \cdot P}{V} \cdot 10^6, \quad (2)$$

где m — масса навески вещества, г;

P — массовая доля основного вещества, %;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

10^6 — коэффициент для пересчета размерностей величин.

7.3.2 Приготовление рабочих градуировочных смесей

7.3.2.1 Приготовление рабочих градуировочных смесей основано на разведении исходной смеси водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %. Примерные массовые концентрации летучих компонентов в градуировочной смеси указаны в таблице 2.

Таблица 2

Наименование летучего компонента	Примерная массовая концентрация летучего компонента в градуировочной смеси		
	№ 1	№ 2	№ 3
Уксусный альдегид (ацетальдегид), мг/дм^3	10	100	400
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), мг/дм^3	30	300	1200
Метиловый спирт (метанол), %	0,0025	0,025	0,10
Пропиловый спирт (1-пропанол), мг/дм^3	40	400	1600
Изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол), мг/дм^3	30	300	1200
Диэтилацеталь ацетальдегид (ацеталь), мг/дм^3	10	100	400
Изоамиловый спирт (2-метил-1-бутанол), мг/дм^3	30	300	1200
Изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол), мг/дм^3	60	600	2400

7.3.2.2 Приготовление градуировочной смеси № 1

1 см^3 исходной смеси вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и содержимое доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

7.3.2.3 Приготовление градуировочной смеси № 2

10 см^3 исходной смеси вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и содержимое доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

7.3.2.4 Приготовление градуировочной смеси № 3

40 см^3 исходной смеси вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и содержимое доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

7.3.3 Приготовление исходного раствора фурфурола

7.3.3.1 Чистое вещество массой 0,05 г с точностью до 0,001 г взвешивают в мерной колбе с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3, предварительно заполненной 50 см^3 водно-спиртового раствора с объемной долей этилового спирта 40 %. Содержимое колбы перемешивают, выдерживают 25 мин при температуре (20 ± 2) °С на водяной бане и доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

7.3.3.2 Приготовление градуировочной смеси № 4

1 см^3 исходного раствора фурфурола вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и содержимое доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

7.3.3.3 Приготовление градуировочной смеси № 5

10 см^3 исходного раствора фурфурола вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и содержимое доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

7.3.3.4 Приготовление градуировочной смеси № 6

60 см^3 исходного раствора фурфурола вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и содержимое доводят до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 40 %.

Примерные массовые концентрации фурфурола в градуировочной смеси приведены в таблице 3.

Таблица 3

Примерная массовая концентрация фурфурола в градуировочной смеси		
№ 4	№ 5	№ 6
0,5	5,0	30

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

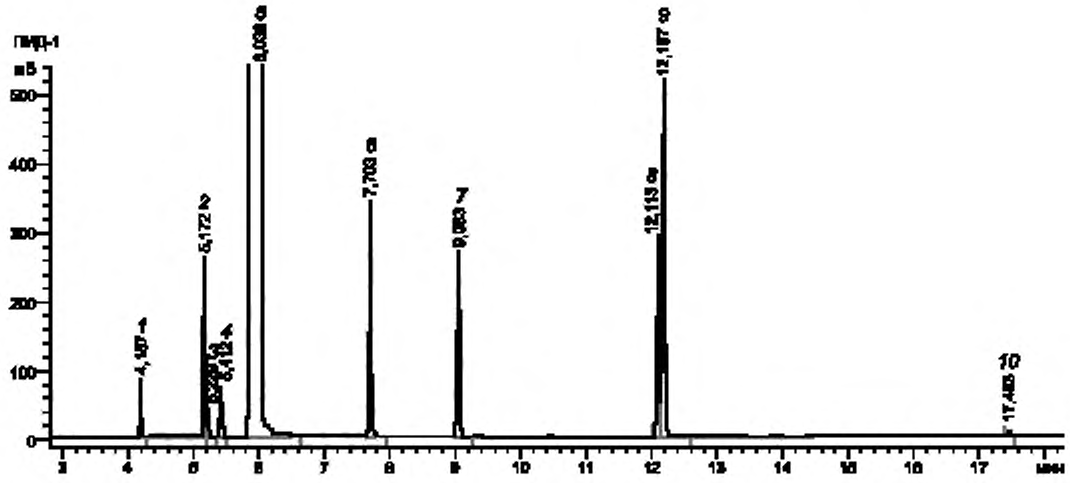
7.3.4 Исходные градуировочные смеси хранят в холодильнике в течение 6 мес в герметично закрытой темной посуде, залитой парафином. Рабочие градуировочные смеси используют свежеприготовленными.

8 Проведение измерений

8.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

- температура термостата колонок, °С ..... 40—90;
- температура испарителя (инжектора), °С ..... 100—180;
- коэффициент деления потока ..... 15:1—60:1;
- температура детектора, °С ..... 180—200;
- скорость потока воздуха, дм^3/ч ..... 12—18;
- скорость потока водорода, дм^3/ч ..... 1,2—1,8;
- скорость потока газа-носителя (азот), дм^3/ч ..... 0,048—0,120;
- объем пробы, мм^3 ..... 0,2—1,0.

Допускается проведение измерений в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры и потока газа-носителя, обеспечивающих разделение и последовательность выхода веществ, аналогичную приведенной на рисунке 1.



1 — уксусный альдегид (ацетальдегид); *2* — этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), *3* — диэтилацеталь ацетальдегида (ацеталь); *4* — метиловый спирт (метанол); *5* — этиловый спирт; *6* — пропиловый спирт (1-пропанол); *7* — изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол); *8* — изоамиловый спирт (2-метил-1-бутанол); *9* — изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол); *10* — фурфурол

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой[1)]

8.2 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят, используя шесть градуировочных смесей с фактическими значениями массовой концентрации летучих компонентов и фурфурола.

Градуировочные смеси последовательно вводят в испаритель (инжектор) хроматографа и проводят измерения при условиях хроматографирования, указанных в 8.1.

Записывают хроматограммы каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения проводят не менее двух раз. Типовая хроматограмма градуировочной смеси представлена на рисунке 1.

Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные данные с помощью программного обеспечения компьютера, входящего в комплект хроматографа.

Градуировку хроматографа проводят один раз в 2 нед, а также при смене колонки, реактивов, при получении отрицательных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики и после ремонта хроматографа.

8.3 Порядок проведения измерений

В испаритель (инжектор) микрошприцем вводят от 0,2 до 1 мм^3 пробы, подготовленной по 6.2, и выполняют хроматографическое разделение в условиях, указанных в 8.1.

Записывают хроматограмму пробы. Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси. Проводят два параллельных определения.

Пики веществ в пробе должны быть проинтегрированы автоматически, при необходимости результаты интегрирования площади пика корректируют вручную.

Если измеренная массовая концентрация/объемная доля определяемых веществ в пробе превышает верхнюю границу диапазона измерений (см. таблицу 4), пробу дистиллята или спиртного напитка разбавляют дистиллированной водой не более чем в 10 раз и при вычислении учитывают коэффициент разведения.

[1)] Например, хроматограф, оснащенный капиллярной колонкой CP-Wax. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта. Допускается применение аналогичного оборудования при условии получения аналогичных результатов.

Если время удерживания определяемого вещества на хроматограмме пробы совпадает с временем удерживания определяемого вещества на хроматограмме градуировочного раствора, то считают, что данное вещество в пробе присутствует.

Если пик определяемого вещества не фиксируется на времени удерживания, соответствующем времени, полученном на хроматограмме градуировочного раствора, делают вывод о том, что данное вещество в пробе отсутствует.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение, входящее в комплект хроматографа компьютера в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

9.2 Диапазоны измерений массовой концентрации летучих компонентов, границы относительной погрешности, предел повторяемости и критическая разность результатов приведены в таблице 4.

Таблица 4

Наименование летучего компонента	Диапазон измерений массовых концентраций/ объемных долей	Показатель точности (границы относительной погрешности/расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$) $\pm \delta$, $\pm \delta_л$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, $\sigma_{rл}$, %	Предел повторяемости r, $r_л$, % при $n = 2$, $P = 0,95$	Критическая разность для результатов измерений, полученных в двух лабораториях $CD_{0,95}$, $CD_{0,95л}$, % ($n_1 = n_2 = 2$)
Уксусный альдегид (ацетальдегид), мг/дм^3	От 10 до 50 включ.	15	5	14	18
	Св. 50 до 400 включ.	10	3	8	11
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), мг/дм^3	От 30 до 150 включ.	20	7	19	26
	Св. 150 до 1200 включ.	17	5	14	18
Метиловый спирт (метанол), %	От 0,0025 до 0,025 % включ.	20	7	19	26
	Св. 0,025 до 0,10 % включ.	15	5	14	18
Пропиловый спирт (1-пропанол), мг/дм^3	От 40 до 200 включ.	12	4	11	15
	Св. 200 до 1600 включ.	10	3	8	11
Изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол), мг/дм^3	От 30 до 150 включ.	12	4	11	15
	Св. 150,0 до 1200 включ.	10	3	8	11
Диэтилацеталь ацетальдегида (ацеталь), мг/дм^3	От 10 до 50 включ.	12	4	11	15
	Св. 50 до 400 включ.	10	3	8	11
Изоамиловый спирт (2-метил-1-бутанол), мг/дм^3	От 30 до 150 включ.	12	4	11	15
	Св. 150 до 1200 включ.	10	3	8	11

Окончание таблицы 4

Наименование летучего компонента	Диапазон измерений массовых концентраций/ объемных долей	Показатель точности (границы относительной погрешности/расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$) $\pm \delta$, $\pm \delta_r$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, σ_{rj}, %	Предел повторяемости r, r_j, % при $n = 2$, $P = 0,95$	Критическая разность для результатов измерений, полученных в двух лабораториях $CD_{0,95}$, $CD_{0,95j}$, % ($n_1 = n_2 = 2$)
Изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол), мг/дм^3	От 60 до 300 включ.	12	4	11	15
	Св. 300 до 2400 включ.	10	3	8	11
Фурфурол, мг/дм^3	От 0,50 до 3,5 включ.	18	6	17	22
	Св. 3,5 до 30 включ.	12	4	11	15

9.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений массовой концентрации летучих компонентов или объемной доли метилового спирта, полученных в условиях повторяемости, если выполняются следующие условия приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r_j, \quad (3)$$

где 2 — число параллельных измерений;

C_1, C_2 — результаты параллельных измерений массовой концентрации летучих компонентов (кроме метилового спирта), мг/дм^3;

100 — множитель для пересчета в проценты;

r_j — значение относительного предела повторяемости (см. таблицу 4) летучих компонентов, %;

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (4)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений объемной доли метилового спирта, %;

r — значение относительного предела повторяемости (см. таблицу 4) метилового спирта, %.

Если условия приемлемости не выполняются, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 8.3.

9.4 Результаты измерений содержания массовой концентрации летучих компонентов и объемной доли метилового спирта представляют в следующем виде:

$$(C_{ср} \pm 0,01) \cdot \delta_j \cdot C_{ср}, \text{ мг/дм}^3, \quad (5)$$

где $C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации летучих веществ (кроме метанола), признанных приемлемыми, мг/дм^3;

δ_j — границы относительной погрешности (см. таблицу 4) результатов измерений массовой концентрации летучих компонентов, %;

$$(X_{ср} \pm 0,01) \cdot \delta \cdot X_{ср}, \%, \quad (6)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений объемной доли метилового спирта, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности (см. таблицу 4) результата измерений объемной доли метилового спирта, %.

Если окончательный результат выходит за пределы границ диапазона измерений массовых концентраций/объемных долей, установленных в таблице 4, то результаты представляют в следующем виде:

- $C_{кр} < C_{мин}$ или $C_{кр} > C_{макс}$ — для массовой концентрации i-го компонента;
- $X_{ср} < X_{мин}$ или $X_{ср} > X_{макс}$ — для объемной доли метилового спирта.

9.5 Массовую концентрацию летучих компонентов в исходной пробе вычисляют, умножая результат измерений, полученный по 9.3, на коэффициент разбавления исходной пробы.

9.6 Для пересчета на безводный спирт результаты измерений, полученные по 9.3, умножают на коэффициент $П$, вычисляемый по формуле

$$П = \frac{100}{P}, \quad (7)$$

где 100 — объемная доля безводного спирта, %;

P — объемная доля этилового спирта в пробе, %.

Вычисления проводят до трех значащих цифр. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до двух значащих цифр.

9.7 Границы относительной погрешности, критическая разность $CD_{0,95}$ для результатов измерений в двух разных лабораториях и предел повторяемости — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2—2003 (пункты 7.2—7.5) и ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 4.1, 4.2, 5.2, 5.3, 7.2).

10 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений при реализации метода в лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6.

Проверку стабильности результатов измерений осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполненных измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

11 Требования безопасности

При работе на газовом хроматографе следует соблюдать:

- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать 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 следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

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

УДК 663.5:543.06:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: дистилляты зерновые и ромовые, напитки спиртные на основе зерновых и ромовых дистиллятов, уксусный альдегид (ацетальдегид), этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), метиловый спирт (метанол), пропиловый спирт (1-пропанол), изобутиловый спирт (2-метил-1-пропанол), изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол, 2-метил-1-бутанол), диэтилацеталь ацетальдегида (ацеталь), фурфурол, хроматограмма, газохроматографический метод

БЗ 11—2020/51

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 30.09.2020. Подписано в печать 26.10.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,72.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru