ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72530— 2026

НАПИТКИ СПИРТНЫЕ И ДИСТИЛЛЯТЫ ДЛЯ ИХ ПРОИЗВОДСТВА

Определение содержания фенольных и фурановых соединений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спирт этиловый, спиртные напитки и спиртосодержащая продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 февраля 2026 г. № 86-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 ежемесячного 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.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

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

НАПИТКИ СПИРТНЫЕ И ДИСТИЛЛЯТЫ ДЛЯ ИХ ПРОИЗВОДСТВА

Определение содержания фенольных и фурановых соединений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Alcoholic beverages and distillates for their production. Determination of phenol and furan compounds by high performance chromatography

Дата введения — 2026—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на дистилляты выдержанные зерновые, дистилляты выдержанные ромовые, дистилляты висковые и спиртные напитки на их основе (виски и выдержанные ромы) (далее — продукция) и устанавливает метод измерений массовой концентрации фенольных и фурановых соединений (галловой кислоты, 5-гидроксиметилфурфурола (5-ГМФ), фурфурола, ванилиновой кислоты, сиреневой кислоты, ванилина, сиреневого альдегида, эллаговой кислоты, конифери-лового альдегида, синапового альдегида) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием спектрофотометрического детектора.

Диапазоны измерений для каждого соединения приведены в таблице 1.

Таблица 1

Определяемое соединение	Диапазон измерений, мг/дм^3
5-гидроксиметилфурфурол (5-ГМФ)	От 0,20 до 40 включ.
Фурфурол, эллаговая кислота	От 0,10 до 40 включ.
Галловая кислота, ванилиновая кислота, сиреневая кислота, ванилин, сиреневый альдегид, конифериловый альдегид, синаповый альдегид	От 0,10 до 20 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

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

Издание официальное

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

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

ГОСТ 32080 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

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

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

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 применении обращено-фазовой ВЭЖХ для разделения смеси фенольных и фурановых соединений на хроматографической колонке в режиме градиентного элюирования. Идентификацию и количественное определение соединений осуществляют с помощью спектрофотометрического детектора в ультрафиолетовой области спектра при двух длинах волн 270 и 320 нм.

Продолжительность анализа — 40 мин.

4 Условия проведения измерений

При проведении измерений массовой концентрации фенольных и фурановых соединений 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[1)], В . . . . . 220 ± 22.

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

Хроматограф высокоэффективный жидкостный с двухволновым спектрофотометрическим детектором (диапазон длин волн 190—700 нм), включающий:

- насос бинарный с вакуумным дегазатором;
- термостат колонок;
- инжектор ручной или автосамплер.

[1)] Напряжение в сети в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа. В целях исключения перепадов и изменений напряжения в сети питания рекомендуется подключение через стабилизаторы и ИБП.

Колонка хроматографическая аналитическая обращено-фазная, классификацией USP L1, заполненная сорбентом: силикагель, сферические частицы, 11,0 % углерода, химически модифицированная октадецильными группами; длиной 250 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, размер зерна 5 мкм. Допускается применение других хроматографических колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунках А.1, А.2 (приложение А).

Компьютер, имеющий программное обеспечение.

Колбы 1—10—2, 1—50—2, 1—100—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы, $d_{пор}$ = 0,45 мкм.

Шприц медицинский вместимостью 5 см^3.

Дозаторы пипеточные переменного объема 20-200, 100-1000 и 500-5000 мм^3 с относительной систематической погрешностью не более ±2,5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Микрошприц вместимостью 50—100 мм^3.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

Холодильник бытовой.

Ультразвуковая баня.

Шкаф вытяжной.

Весы лабораторные высокого класса точности с диапазоном взвешивания от 0,0100 до 220,0000 г, с погрешностью 0,0003 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Галловая кислота с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

5-гидроксиметилфурфурол с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Фурфурол с массовой долей основного вещества не менее 96 %.

Ванилиновая кислота с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Сиреневая кислота с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Ванилин с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Сиреневый альдегид с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Эллаговая кислота с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Синаповый альдегид с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Конифериловый альдегид с массовой долей основного вещества не менее 96,0 %.

Ацетонитрил для ВЭЖХ.

Метанол для ВЭЖХ.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

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 фенольных и фурановых соединений для дистиллятов и спиртных напитков предусматривает их прямой ввод в хроматограф. Перед выполнением измерений продукцию (дистилляты и спиртные напитки) разбавляют водным раствором метанола (см. 7.2.4) в зависимости от ее крепости (объемной доли этилового спирта,) согласно таблице 2.

Таблица 2 — Схема разбавления продукции

Крепость, % об. (объемная доля этилового спирта, %)	Коэффициент разбавления, К
До 40 включ.	3
Св. 40 до 70	4
Св. 70	5

Образец фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, разбавляют водным раствором метилового спирта по 7.2.4, затем вводят в хроматограф, с применением микрошприца или автосамплера.

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 Приготовление элюирующих растворов

7.2.1 Приготовление элюирующего раствора А (1 %-ный водный раствор уксусной кислоты)

Пипеткой отбирают 10 см^3 ледяной уксусной кислоты (плотностью 1,055 г/см^3), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, содержащую 400—500 см^3 дистиллированной воды, хорошо перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой, фильтруют через мембранный фильтр.

Срок хранения элюирующего раствора А не более 1 недели при комнатной температуре.

7.2.2 Приготовление элюирующего раствора В

В качестве элюирующего раствора В используют ацетонитрил для ВЭЖХ.

7.2.3 Приготовление водно-спиртового раствора с объемной долей этилового спирта 50 %

Водно-спиртовый раствор с объемной долей этилового спирта 50 % готовят путем разбавления этилового ректификованного спирта из пищевого сырья дистиллированной водой. Объем этилового спирта, необходимый для разбавления, V_2, см^3, вычисляют по форму

$$V_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{C_2}, \quad (1)$$

где C_1 — объемная доля этилового спирта, полученная после разбавления (50 %), %;

V_1 — объем водно-спиртового раствора с объемной долей этилового спирта 50 %, см^3;

C_2 — объемная доля исходного этилового спирта, измеренная в соответствии с ГОСТ 3639, %.

7.2.4 Приготовление водного раствора метилового спирта с объемной долей метанола 20 %

Водный раствор метанола с объемной долей метилового спирта 20 % готовят путем разбавления метилового спирта дистиллированной водой. Объем метилового спирта, необходимый для разбавления, V_4, см^3, вычисляют по формуле

$$V_4 = \frac{C_3 \cdot V_3}{C_4}, \quad (2)$$

где C_3 — объемная доля метилового спирта, полученная после разбавления (20 %), %;

V_3 — объем водного раствора метанола с объемной долей метилового спирта 20 %, см^3;

C_4 — исходная объемная доля метилового спирта, %.

7.3 Приготовление градуировочных смесей

Готовят две исходные смеси для веществ:

А — галловая кислота, 5-гидроксиметилфурфурол, фурфурол, ванилиновая кислота, сиреневая кислота, ванилин, сиреневый альдегид, конифериловый альдегид, синаповый альдегид;

Б — эллаговая кислота.

Исходные смеси веществ хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

7.3.1 Приготовление исходной смеси А

Навеску каждого соединения массой от 0,010 г до 0,013 г взвешивают непосредственно в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Результат взвешивания фиксируют с точностью до 0,001 г. В колбу с навесками добавляют 60—80 см^3 водно-спиртового раствора с объемной долей этилового спирта 50 %, приготовленного по 7.2.3. Раствор помещают в ультразвуковую баню на 15—20 мин до полного растворения и доводят объем до метки водно-спиртовым раствором с объемной долей этилового спирта 50 % при температуре (20 ± 2) °С.

7.3.2 Приготовление исходной смеси Б

Навеску эллаговой кислоты массой от 0,010 г до 0,013 г взвешивают непосредственно в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Результат взвешивания фиксируют с точностью до 0,001 г. В колбу с навеской добавляют 60—80 см^3 метилового спирта. Раствор помещают в ультразвуковую баню на

15—20 мин до полного растворения и доводят объем до метки метиловым спиртом при температуре (20 ± 2) °С.

7.3.3 Вычисление массовой концентрации каждого соединения в смеси

Точную массовую концентрацию каждого соединения в смеси вычисляют с учетом содержания основного вещества по формуле

$$C_i = \frac{m_i \cdot P_i}{V} \cdot 10, \quad (3)$$

где C_i — массовая концентрация i-го соединения в смесях А, Б, мг/дм^3;

m_i — масса навески i-го соединения, мг;

P_i — содержание основного вещества i-го соединения, %;

V — объем мерной колбы, см^3;

10 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3.

7.4 Приготовление рабочих градуировочных растворов

Приготовление рабочих градуировочных растворов основано на разведении исходных смесей А и Б водным раствором метанола по 7.2.4 и дистиллированной водой согласно таблице 3.

Таблица 3 — Схема приготовления градуировочных растворов

Номер раствора	Объем смеси, см^3		Массовая концентрация* градуировочного раствора, мг/дм^3	Разбавление	Объем градуировочных растворов, см^3
	А	Б			
1	0,1	0,1	0,1	Водным раствором метанола (см. 7.2.4)	100
2	0,4	0,4	0,8		50
3	4	4	8		50
4	2	2	20	Дистиллированной водой	10
5	4	4	40		10
К	1,5	—	15		10
* Точное значение массовой концентрации основного компонента в градуировочных растворах вычисляют с учетом точных значений массовых концентраций компонента в основных смесях А, Б.					

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

Рабочие градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

8 Проведение измерений

8.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура термостата колонок, °С. 40;

скорость потока элюента, см^3/мин. 0,6;

объем петлевого дозатора, мкл. . . . . 20—100;

объем инжекции (для автосамплера), мкл. . . . . 180—200;

детектирование UV-VIS, нм. . . . . 270, 320.

Элюенты:

- раствор А — 1,0 %-ный раствор уксусной кислоты, приготовленный по 7.2.1;
- раствор В — ацетонитрил по 7.2.2.

Градиент:
0 мин — 5 % В;
5 мин — 12 % В;
30,0 мин — 20 % В;
32,0 мин — 5 % В;
40,0 мин — 5 % В;
«Post time»: 5 мин.

Допускается проведение измерений в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры термостатирования, скорости потока элюента, градиентного режима, объема вводимой пробы (инжекции) обеспечивающих разделение и последовательность выхода веществ, аналогичную приведенной на рисунках А.1, А.2 (приложение А).

8.2 Градуировка хроматографа

Для определения рабочего диапазона массовых концентраций и линейности функции градуировки выполняют градуировку хроматографа по пяти градуировочным растворам (№ 1—5). Каждый градуировочный раствор хроматографируют не менее двух раз. Градуировочная зависимость должна иметь вид:

$$Y = bx,$$

где Y — концентрация фенольных и фурановых соединений, мг/дм^3;

b — коэффициент функции градуировки;

x — площадь пика.

Параметры градуировочной зависимости рассчитывают путем анализа линейной регрессии скорректированных площадей пиков. Правильность построения градуировочного графика контролируют значением достоверности аппроксимации: $R^2 \geq 0{,}999$.

Измерения проводят при условиях хроматографирования, указанных в 8.1.

Записывают хроматограммы каждого градуировочного раствора. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения проводят не менее двух раз.

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

Градуировку хроматографа проводят один раз в 3 месяца, а также при смене колонки, реактивов, при получении отрицательных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики и после ремонта хроматографа.

8.3 Порядок проведения измерений

8.3.1 Контроль стабильности градуировки

Оперативный текущий контроль стабильности градуировочного графика проводят один раз в неделю. Для этого анализируют градуировочный раствор *К*, приготовленный по 7.4. Измерение градуировочного раствора *К* проводят перед началом выполнения анализа серии проб не менее двух раз. Если разница между измеренной массовой концентрацией каждого соединения градуировочной смеси *К* и фактической массовой концентрацией каждого соединения, выраженной в процентах, по отношению к фактической массовой концентрации не превышает норматив стабильности градуировки K_{ip}, градуировку считают стабильной и переходят к анализу серии проб по 8.3.3 Если это требование не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора.

Норматив стабильности градуировки K_{ip} составляет:

- 7 % — для диапазона массовой концентрации от 0,2 C_{max} до 0,4 C_{max} (включительно);
- 4 % — для диапазона массовой концентрации свыше 0,4 C_{max} до C_{max} (включительно),

где C_{max} — массовая концентрация выбранной градуировочной смеси.

Норматив стабильности градуировки K_{ip}, %, вычисляют по формуле

$$K_{ip} = \frac{|C_{Ki} - C_i|}{C_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где C_{Ki} — массовая концентрация каждого соединения градуировочной смеси K, мг/дм^3;

C_i — фактическая массовая концентрация каждого соединения, мг/дм^3;

100 — множитель для пересчета в проценты.

8.3.2 Контроль чистоты системы

Для контроля степени чистоты реактивов и правильности работы хроматографа, а также для предотвращения появления ложноположительных пиков необходимо проводить измерение «холостой» пробы. Измерение «холостой» пробы проводят после измерения градуировочного раствора при проверке стабильности градуировки, а также после выполнения анализа серии проб. В качестве «холостой» пробы используют водно-спиртовый раствор с объемной долей этилового спирта 50 %, приготовленный по 7.2.3. Если в «холостой» пробе обнаруживают любое из определяемых соединений, выявляют причины и устраняют источники загрязнения.

8.3.3 Выполнение измерений пробы

Проводят измерение пробы, подготовленной по 6.2.

Пробу хроматографируют не менее двух раз. Пики соединений в пробе должны быть правильно проинтегрированы, при необходимости результаты интегрирования площади пика корректируют вручную.

Если время удерживания определяемого вещества на хроматограмме пробы совпадает со временем удерживания определяемого вещества на хроматограмме градуировочной смеси, то считают, что данное вещество в пробе присутствует.

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

Для дополнительной идентификации определяемого вещества допускается подтверждение результата с применением метода добавок.

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 фенольных и фурановых соединений, границы относительной погрешности/расширенная неопределенность, предел повторяемости, предел воспроизводимости и критическая разность результатов приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Основные метрологические характеристики

Наименование показателя (P = 0,95, n = 2)	Наименование фенольных и фурановых соединений	
	5-ГМФ, эллаговая кислота, фурфурол	Галловая кислота, ванилиновая кислота, сиреневая кислота, ванилин, сиреневый альдегид, конифериловый альдегид, синаповый альдегид
Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм^3	От 0,10 (0,20*) до 40 включ.	От 0,10 до 20 включ.
Показатель точности (границы относительной погрешности/расширенная неопределенность), ± δ, %	13	13
Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	3	3
Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	5	5
Предел повторяемости r, %	8	8
Предел воспроизводимости R, %	14	14

Окончание таблицы 4

Наименование показателя (P = 0,95, n = 2)	Наименование фенольных и фурановых соединений	
	5-ГМФ, эллаговая кислота, фурфурол	Галловая кислота, ванилиновая кислота, сиреневая кислота, ванилин, сиреневый альдегид, конифериловый альдегид, синаповый альдегид
Критическая разность для результатов измерений, полученных в двух лабораториях $CD_{0,95}$, %	13	13
* Для 5-ГМФ.		

Если вычисленная массовая концентрация соединения в определяемой пробе превышает верхнюю границу диапазона градуировки, пробу разбавляют водным раствором метилового спирта по 7.2.4 не более чем в 10 раз и повторяют измерение.

9.3 Вычисление массовой концентрации определяемого соединения в пробе

Массовую концентрацию i-го соединения в пробе C_i, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_i = C_{xi} \cdot K, \quad (5)$$

где C_{xi} — массовая концентрация i-го соединения, полученная по градуировочной графику, мг/дм^3;

К — коэффициент разбавления (см. таблицу 2).

9.4 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений массовой концентрации i-го соединения, при выполнении условия повторяемости по 10.1.

Если условие не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 8.3.3.

9.5 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_{icp} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot C_{icp}, \text{ при } P = 0,95, \quad (6)$$

где C_{icp} — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации i-го соединения, мг/дм^3;

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности (см. таблицу 4), %;

0,01 — множитель для пересчета в доли.

Если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись: «массовая концентрация соединения _____ менее _____ мг/дм^3 (более _____ мг/дм^3)».

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

9.6 Границы относительной погрешности, критическая разность $CD_{0,95}$ для результатов измерений в двух разных лабораториях и предел повторяемости — в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 (пункты 7.2—7.5) и ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункты 4.1, 4.2, 5.2, 5.3, 7.2).

10 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений в лаборатории при реализации методики проводят используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 6.2.3).

10.1 Оперативный контроль повторяемости результатов измерений

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Повторяемость результатов признают удовлетворительной, если выполняется следующее условие приемлемости

$$\frac{2\cdot\left|C_{i1}-C_{i2}\right|\cdot 100}{\left(C_{i1}+C_{i2}\right)}\le r, \qquad (7)$$

где 2 — число параллельных измерений;

C_{i1}, C_{i2} — результаты параллельных измерений массовой концентрации i-го соединения, мг/дм^3;

100 — множитель для пересчета в проценты;

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

Если условие (7) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с 8.3.3.

10.2 Оперативный контроль воспроизводимости результатов измерения

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2\cdot\left|C_{i\text{ср}1}-C_{i\text{ср}2}\right|\cdot 100}{\left(C_{i\text{ср}1}+C_{i\text{ср}2}\right)}\le CD_{0,95}, \qquad (8)$$

где 2 — число параллельных измерений;

$C_{i\text{ср}1}$, $C_{i\text{ср}2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации i-го соединения, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

100 — множитель для пересчета в проценты;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности (см. таблицу 4).

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

При возникновении разногласий руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункты 5.3.3, 5.3.4).

10.3 Контроль погрешности с использованием метода добавок

10.3.1 Метод оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольной процедуры $K_к$, равного разности между результатом контрольного измерения содержания фенольных и фурановых соединений в пробе продукта с известной добавкой X'_2, в пробе продукта без добавки X_1 и значения добавки — C, с нормативом оперативного контроля погрешности $K_д$.

10.3.2 Образцами для контроля являются пробы продукции. При применении метода добавок объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений по методике.

Отобранную пробу делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой. Во вторую часть вводят добавку одного или нескольких соединений, а затем анализируют в соответствии с методикой.

Концентрация компонента в добавке должна составлять 50 %—150 % содержания определяемого вещества в пробе продукта и должна выбираться в этом интервале таким образом, чтобы результат анализа с добавкой не выходил за верхний предел диапазона измерений анализируемого соединения с учетом погрешности измерений (см. таблицу 4).

Норматив оперативного контроля $K_д$, мг/дм^3, погрешности рассчитывают по формулам:

при проведении внутрилабораторного контроля при P = 0,95

$$K_д = 0{,}84\sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta \bar{x})^2}, \quad (9)$$

при проведении внешнего контроля при P = 0,95

$$K_д = \sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta \bar{x})^2}, \quad (10)$$

где $\Delta\bar{x}$, $\Delta x'$ — значения характеристик погрешности (без учета знака), мг/дм^3, соответствующие содержанию определяемого вещества в пробе, пробе с известной добавкой, соответственно:

$\Delta\bar{x} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \bar{X}_1$ ($\bar{X}_1$ — содержание вещества в пробе);

$\Delta x' = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \bar{X}'_2$ ($\bar{X}'_2$ — содержание вещества в пробе с добавкой).

Значение δ приведено в таблице 4.

Точность контрольного измерения, а также точность результатов анализа проб признают удовлетворительной, если:

$$K_к = |\bar{X}'_2 - \bar{X}_1 - C| \le K_д. \quad (11)$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности измерения повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

10.3.3 Периодичность контроля устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ. При смене партий реактивов, средств измерений и СО необходимо проведение оперативного контроля.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

11 Требования безопасности

При работе на жидкостном хроматографе следует соблюдать:

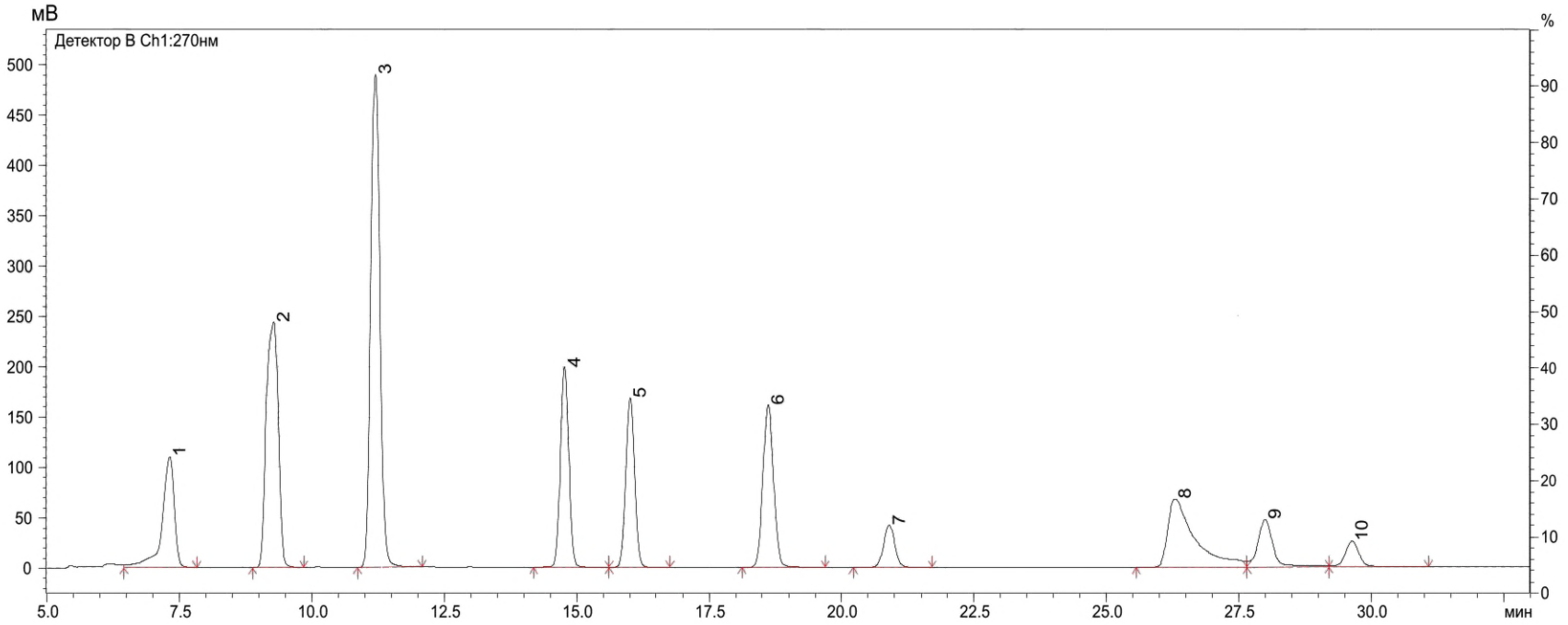
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

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 жидкостном хроматографе допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой хроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

Приложение А
(справочное)

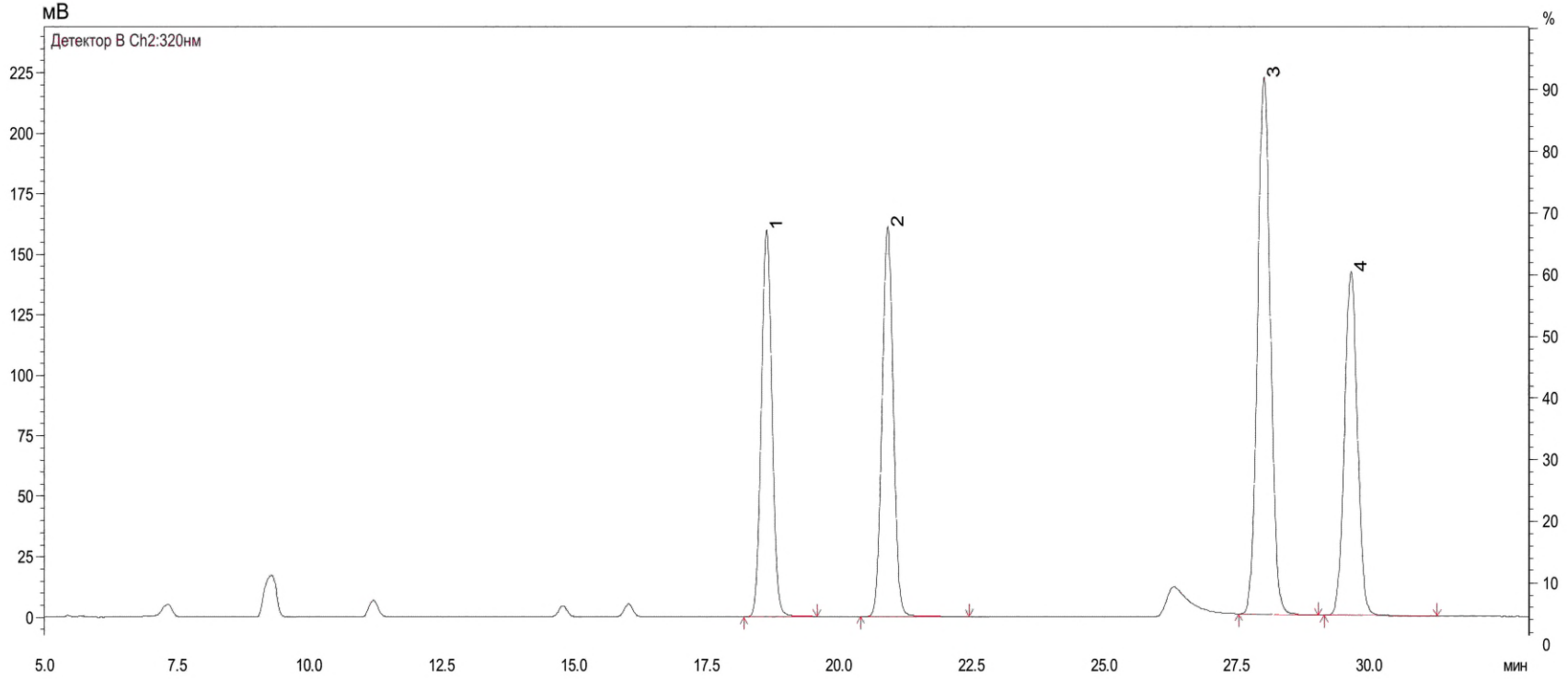
Пример хроматограммы анализа градуировочной смеси



1 — галловая кислота; *2* — 5-гидроксиметилфурфурол; *3* — фурфурол; *4* — ванилиновая кислота; *5* — сиреневая кислота; *6* — ванилин; *7* — сиреневый альдегид; *8* — эллаговая кислота; *9* — конифериловый альдегид; *10* — синаповый альдегид

Рисунок А.1 — Типовая хроматограмма градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном хроматографической колонкой[1)] при длине детектирования 270 нм

[1)] Например, хроматографическая колонка SUPELCOSIL LC-18 (25 см · 4,6 мм, 5 мкм). Допускается применение аналогичного оборудования при условии получения аналогичных результатов.



1 — ванилин; *2* — сиреневый альдегид; *3* — конифериловый альдегид; *4* — синаповый альдегид

Рисунок А.2 — Типовая хроматограмма градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном хроматографической колонкой[1)], при длине детектирования 320 нм

[1)] Например, хроматографическая колонка SUPELCOSIL LC-18 (25 см · 4,6 мм, 5 мкм). Допускается применение аналогичного оборудования при условии получения аналогичных результатов.

УДК 663.5:543.06:006.354 ОКС 67.160.10

Ключевые слова: дистилляты выдержанные зерновые, дистилляты висковые, дистилляты выдержанные ромовые, напитки спиртные на основе зерновых, висковых и выдержанных ромовых дистиллятов, галловая кислота, 5-гидроксиметилфурфурол, фурфурол, ванилиновая кислота, сиреневая кислота, ванилин, сиреневый альдегид, эллаговая кислота, синаповый альдегид, конифериловый альдегид, хроматограмма, ВЭЖХ

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 09.02.2026. Подписано в печать 26.02.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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