МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33834—
2016**

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности» (ФГБНУ ВНИИПБиВП)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июля 2016 г. № 89-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	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 сентября 2016 г. № 1021-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33834—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2016

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 определений 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 3
6 Отбор и подготовка проб 4
7 Подготовка к проведению определений 4
8 Проведение определений 7
9 Обработка результатов определений 8
10 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости 11
11 Контроль точности результатов определений при реализации метода в лаборатории 11
12 Требования безопасности 11

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ И СЫРЬЕ ДЛЯ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА

Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов

Wine products and raw materials for it's production.
Gas chromatographic method for determination
of mass concentration of volatile components

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию [вина, спиртные напитки из винного (в том числе коньячного), виноградного, фруктового (плодового) и кальвадосного дистиллятов, винного, виноградного и фруктового (плодового) спиртов с объемной долей этилового спирта не менее 35,0 %] и сырье для ее производства (далее — продукт) и устанавливает газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов: этаналя (ацетальдегида), пропан-2-она (ацетона), этилэтаноата (этилацетата), метанола (метилового спирта), пропан-2-ола (втор-пропилового спирта), бутан-2-ола (втор-бутилового спирта), пропан-1-ола (н-пропилового спирта), 2-метилпропан-1-ола (изобутилового спирта), изоамилэтаноата (изоамилацетата), бутан-1-ола (н-бутилового спирта), 3-метилбутан-1-ола 2-метилбутан-1-ола (изоамилового спирта), этилгексаноата (этилкапроата), гексан-1-ола (н-гексилового спирта), этил-2-гидроксипропаноата (этиллактата), этилоктаноата (этилкаприлата), этилдеканоата (этилкапрата).

Диапазон определений массовой концентрации:

- этаналя (ацетальдегида), пропан-2-она (ацетона), пропан-2-ола (втор-пропилового спирта), бутан-2-ола (втор-бутилового спирта), пропан-1-ола (н-пропилового спирта), изоамилэтаноата (изоамилацетата), бутан-1-ола (н-бутилового спирта), этилгексаноата (этилкапроата), гексан-1-ола (н-гексилового спирта), этил-2-гидроксипропаноата (этиллактата), этилоктаноата (этилкаприлата), этилдеканоата (этилкапрата) — от 0,5 до 500 мг/дм^3 включительно;
- этилэтаноата (этилацетата), метанола (метилового спирта), 2-метилпропан-1-ола (изобутилового спирта) — от 0,5 до 1000 мг/дм^3 включительно;
- 3-метилбутан-1-ола 2-метилбутан-1-ола (изоамилового спирта) — от 0,5 до 2000 мг/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

Издание официальное

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 31730—2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ 32095—2013 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Метод определения объемной доли этилового спирта

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 за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 смеси летучих компонентов в продукте и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

4 Условия проведения определений

При проведении определений массовой концентрации летучих компонентов соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа ..... 84,0—106,0;
- относительная влажность воздуха, %. ..... 30—80;
- напряжение переменного тока, В ..... 220 ± 5;
- частота переменного тока, Гц ..... 50 ± 1.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

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

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

Колонка газохроматографическая капиллярная с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,5 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1 (см. 8.1).

Компьютер, имеющий программное обеспечение.

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,02 мг.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498 с диапазоном определения от 100 до 200 °С, ценой деления 0,1 °С.

Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

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

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

Микрошприц вместимостью 1 $мм^3$.

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

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

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

Перегонный аппарат (аппарат для отгона проб).

Аквадистиллятор.

Шкаф вытяжной.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по степени очистки не ниже Экстра по ГОСТ 5962.

Пропан-2-он (ацетон) по ГОСТ 2603, ч. д. а.

2-метилпропан-1-ол (спирт изобутиловый) по ГОСТ 6016, ч. д. а.

3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (спирт изоамиловый) по ГОСТ 5830, ч. д. а.

Этаналь (альдегид уксусный) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Метанол (метиловый спирт) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилэтаноат (этилацетат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Пропан-1-ол (н-пропиловый спирт) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Бутан-1-ол (н-бутиловый спирт) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Изоамилэтаноат (изоамилацетат) с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Этилгексаноат (этилкапроат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилоктаноат (этилкаприлат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Этилдеканоат (этилкапрат) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Гексан-1-ол (н-гексиловый спирт) с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

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

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

Воздух сжатый по ГОСТ 17433 класса загрязненности «1». Допускается использовать воздушные компрессоры любого типа, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже, а также посуды, материалов и реактивов по качеству не ниже указанных.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 31730.

6.2 Проведение определений предусматривает для неокрашенных продуктов их прямой ввод в испаритель (инжектор) хроматографа, для окрашенных — ввод их дистиллята, полученного по ГОСТ 32095.

7 Подготовка к проведению определений

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 Для стабилизации базовой линии кондиционирование капиллярной колонки проводят при температуре термостата колонок 220 °С, не отсоединяя ее от детектора.

7.2.2 При использовании новой капиллярной колонки ее 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.

7.3 Приготовление градуировочных смесей

7.3.1 Прибор градуируют по градуировочным смесям методом абсолютной градуировки.

При отсутствии аттестованных градуировочных смесей по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, их готовят из реактивов, указанных в разделе 5.

Для приготовления градуировочных смесей используют водно-спиртовые растворы с объемной долей этилового спирта 40,0 % (далее — растворитель № 1) или 15,0 % (далее — растворитель № 2).

7.3.2 Перед приготовлением растворителей в ректификованном этиловом спирте из пищевого сырья определяют массовую концентрацию летучих компонентов по ГОСТ 30536, которую затем учитывают при вычислении фактического значения массовой концентрации *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси.

7.3.3 Приготовление растворителей № 1 и № 2

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят примерно 400 или 150 см^3 соответственно ректификованного этилового спирта из пищевого сырья, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 25 мин.

Точное количество ректификованного этилового спирта V_2, см^3, вычисляют по формуле:

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

где C_2 — объемная доля этилового спирта в растворителе № 1 или № 2 (40,0 или 15,0 %), %;

V_1 — объем растворителя № 1 или № 2, см^3;

C_1 — объемная доля этилового спирта, определенная по ГОСТ 32036, %.

Срок хранения растворителей в герметично закрытой посуде — не более 6 мес.

7.3.4 Приготовление градуировочной смеси № 1 для определения массовой концентрации летучих компонентов в спиртных напитках и сырье для их производства

В предварительно взвешенную мерную колбу (результат взвешивания регистрируют в миллиграммах до первого десятичного знака) с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 микродозатором вносят примерно по 200 мг каждого вещества, последним вносят этаналь (уксусный альдегид), предварительно выдержанный при температуре не выше минус 18 °С не менее 2 ч.

После внесения каждого вещества колбу взвешивают, результат взвешивания регистрируют в миллиграммах до первого десятичного знака. Перед отбором каждого вещества меняют наконечники. Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки растворителем № 1, приготовленным по 7.3.3, и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 25 мин.

Массовую концентрацию *i*-го летучего компонента $C_{i№1}$, мг/дм^3, в градуировочной смеси № 1 вычисляют по формуле:

$$C_{i№1} = \frac{(m - m_i) \cdot 1000}{V} + C_р, \quad (2)$$

где m — масса мерной колбы после внесения *i*-го летучего компонента, мг;

m_i — масса мерной колбы до внесения *i*-го летучего компонента, мг;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3;

$C_р$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в растворителе № 1, вычисленная, исходя из его содержания в ректификованном этиловом спирте из пищевого сырья (см. 7.3.2), мг/дм^3.

7.3.5 Приготовление градуировочной смеси № 2 для определения массовой концентрации летучих компонентов в спиртных напитках и сырье для их производства

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 градуированной пипеткой вместимостью 25 см^3 вносят 25 см^3 градуировочной смеси № 1. Содержимое колбы доводят до метки растворителем № 1 и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 25 мин.

Массовую концентрацию *i*-го летучего компонента $C_{i№2}$, мг/дм^3, в градуировочной смеси № 2 вычисляют по формуле:

$$C_{i№2} = \frac{C_{i№1} \cdot V_{№1}}{V} + C_р, \quad (3)$$

где $C_{i№1}$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси № 1, вычисленная по формуле (2), мг/дм^3;

$V_{№1}$ — объем градуировочной смеси № 1, см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

$C_р$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в растворителе № 1, вычисленная, исходя из его содержания в ректификованном этиловом спирте из пищевого сырья (см. 7.3.2), мг/дм^3.

7.3.6 Приготовление градуировочной смеси № 3 для определения массовой концентрации летучих компонентов в спиртных напитках и сырье для их производства

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 градуировочной смеси № 2. Содержимое колбы доводят до метки растворителем № 1 и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 25 мин.

Массовую концентрацию *i*-го летучего компонента $C_{i№3}$, мг/дм^3, в градуировочной смеси № 3 вычисляют по формуле:

$$C_{i№3} = \frac{C_{i№2} \cdot V_{№2}}{V} + C_р, \quad (4)$$

где $C_{i№2}$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси № 2, вычисленная по формуле (3), мг/дм^3;

$V_{№2}$ — объем градуировочной смеси № 2, см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

$C_р$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в растворителе № 1, вычисленная, исходя из его содержания в ректификованном этиловом спирте из пищевого сырья (см. 7.3.2), мг/дм^3.

7.3.7 Приготовление градуировочной смеси № 4 для определения массовой концентрации летучих компонентов в спиртных напитках и сырье для их производства

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 градуировочной смеси № 3. Содержимое колбы доводят до метки растворителем № 1 и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 25 мин.

Массовую концентрацию *i*-го летучего компонента $C_{i№4}$, мг/дм^3, в градуировочной смеси № 4 вычисляют по формуле:

$$C_{i№4} = \frac{C_{i_{№3}} \cdot V_{№3}}{V} + C_р, \quad (5)$$

где $C_{i№3}$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси № 3, вычисленная по формуле (4), мг/дм^3;

$V_{№3}$ — объем градуировочной смеси № 3, см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

$C_р$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в растворителе № 1, вычисленная, исходя из его содержания в ректификованном этиловом спирте из пищевого сырья (см. 7.3.2), мг/дм^3.

7.3.8 Приготовление градуировочной смеси № 5 для определения массовой концентрации летучих компонентов в спиртных напитках и сырье для их производства

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 градуировочной смеси № 4. Содержимое колбы доводят до метки растворителем № 1 и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 25 мин.

Массовую концентрацию *i*-го летучего компонента $C_{i№5}$, мг/дм^3, в градуировочной смеси № 5 вычисляют по формуле:

$$C_{i№5} = \frac{C_{i№4} \cdot V_{№4}}{V} + C_р, \quad (6)$$

где $C_{i№4}$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси № 4, вычисленная по формуле (5), мг/дм^3;

$V_{№4}$ — объем градуировочной смеси № 4, см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

$C_р$ — массовая концентрация *i*-го летучего компонента в растворителе № 1, вычисленная, исходя из его содержания в ректификованном этиловом спирте из пищевого сырья (см. 7.3.2), мг/дм^3.

7.3.9 Приготовление градуировочных смесей для определения массовой концентрации летучих компонентов в винах и сырье для их производства

Градуировочные смеси № 1в, 2в, 3в, 4в, 5в готовят в соответствии с 7.3.4—7.3.8, используя растворитель № 2, приготовленный по 7.3.3.

Примерная массовая концентрация летучих компонентов в градуировочных смесях: № 1/№ 1в, № 2/№ 2в, № 3/№ 3в, № 4/№ 4в, № 5/№ 5в приведена в таблице 1.

Таблица 1

Наименование летучего компонента	Примерная массовая концентрация летучего компонента в градуировочной смеси, мг/дм^3*				
	№ 1/№ 1в	№ 2/№ 2в	№ 3/№ 3в	№ 4/№ 4в	№ 5/№ 5в
Этаналь (ацетальдегид)	2000	500	50	5	0,5
Пропан-2-он (ацетон)	2000	500	50	5	0,5
Этилэтаноат (этилацетат)	2000	500	50	5	0,5
Метанол (метиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
Пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
Бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
Пропан-1-ол (н-пропиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
2-метилпропан-1-ол (изобутиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
Изоамилэтаноат (изоамилацетат)	2000	500	50	5	0,5
Бутан-1-ол (н-бутиловый спирт),	2000	500	50	5	0,5
3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
Этилгексаноат (этилкапроат)	2000	500	50	5	0,5
Гексан-1-ол (н-гексиловый спирт)	2000	500	50	5	0,5
Этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат)	2000	500	50	5	0,5
Этилоктаноат (этилкаприлат)	2000	500	50	5	0,5
Этилдеканоат (этилкапрат)	2000	500	50	5	0,5

* Фактическое значение массовой концентрации летучего компонента в градуировочной смеси вычисляют по формулам (2), (3), (4), (5), (6).

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

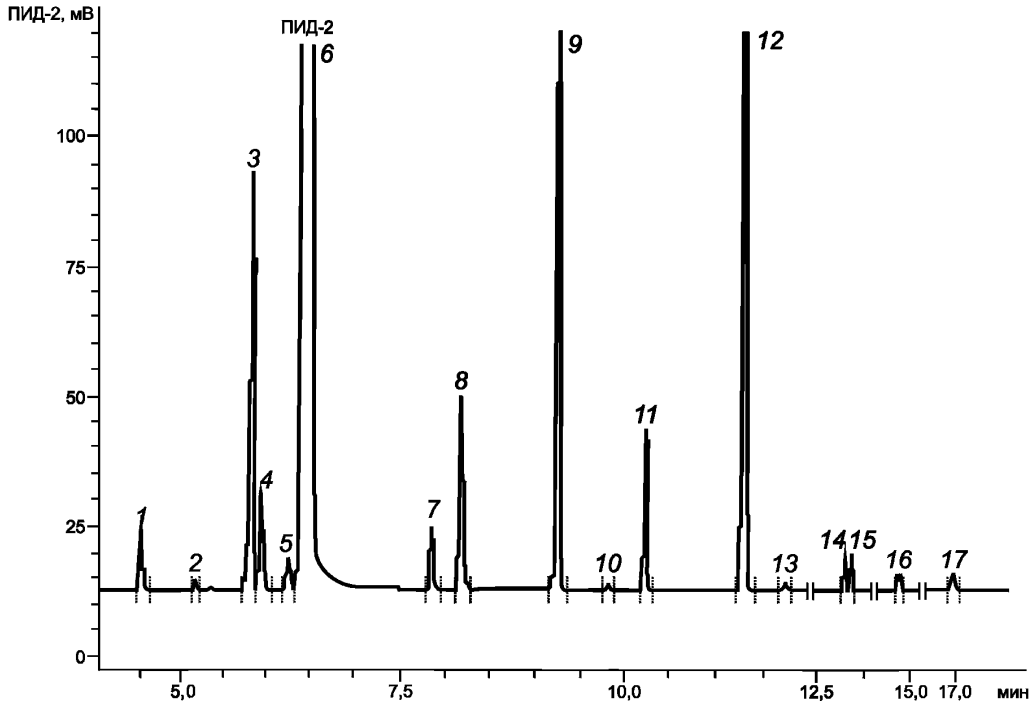
7.3.11 Срок хранения градуировочных смесей № 1, 1в, 2, 2в, 3, 3в, 4, 4в, 5, 5в в холодильнике в герметично закрытой посуде — не более 6 мес.

8 Проведение определений

8.1 Определения проводят при следующих условиях хроматографирования:

начальная температура термостата колонок, °С 70;
выдержка, мин 6;
скорость нагрева термостата колонок до температуры 180 °С, °С/мин 12;
выдержка, мин 15;
температура испарителя (инжектора), °С 200;
температура детектора, °С 200;
коэффициент деления потока 30:1;
скорость потока газа-носителя (азот), $см^3$/мин 1,3;
скорость потока воздуха, $см^3$/мин 200;
скорость потока водорода, $см^3$/мин 20;
объем пробы, $мм^3$ ..... 1.

Допускается проведение определений в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры и потока газа-носителя, обеспечивающих разделение и последовательность выхода компонентов, аналогичное приведенному на рисунке 1.



1 — этаналь (ацетальдегид), *2* — пропан-2-он (ацетон), *3* — этилэтаноат (этилацетат), *4* — метанол (метиловый спирт), *5* — пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), *6* — этанол (этиловый спирт), *7* — бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), *8* — пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), *9* — 2-метилпропан-1-ол (изобутиловый спирт), *10* — изоамилэтаноат (изоамилацетат), *11* — бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), *12* — 3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), *13* — этилгексаноат (этилкапроат), *14* — гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), *15* — этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), *16* — этилоктаноат (этилкаприлат), *17* — этилдеканоат (этилкапрат)

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма

8.2 Градуировка хроматографа

8.2.1 Градуировку хроматографа для определения массовой концентрации летучих компонентов в спиртных напитках и сырье для их производства проводят, используя пять градуировочных смесей (№ 1, 2, 3, 4, 5) с фактическими значениями массовой концентрации летучих компонентов, вычисленными по формулам (2), (3), (4), (5), (6) соответственно.

Градуировочные смеси № 5, 4, 3, 2, 1 последовательно вводят в испаритель (инжектор) хроматографа и проводят определения при условиях хроматографирования, указанных в 8.1.

Записывают хроматограммы каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых компонентов.

Измерение каждой градуировочной смеси 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 две недели, а также при смене колонки, реактивов, при получении отрицательных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики и после ремонта хроматографа.

8.2.2 Градуировку хроматографа для определения массовой концентрации летучих компонентов в винах и сырье для их производства проводят, используя пять градуировочных смесей (№ 1в, 2в, 3в, 4в, 5в) с фактическими значениями массовой концентрации летучих компонентов, вычисленными по формулам (2), (3), (4), (5), (6) соответственно, аналогично процедуре, описанной в 8.2.1.

8.2.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят перед началом определений. Образцом для контроля стабильности градуировочной характеристики является любая градуировочная смесь, которую анализируют не менее двух раз.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия:

$$\frac{\left|C_{i\,\text{выч}} - C_{i\,\text{изм}}\right| \cdot 100}{C_{i\,\text{изм}}} \le K_{i\,\text{гр}}, \qquad (7)$$

где $C_{i\,\text{выч}}$ — вычисленное значение массовой концентрации *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси, мг/дм^3;

$C_{i\,\text{изм}}$ — измеренное значение массовой концентрации *i*-го летучего компонента в градуировочной смеси, мг/дм^3;

$K_{i\,\text{гр}}$ — норматив стабильности градуировочной характеристики для *i*-го летучего компонента, который вычисляют по формуле:

$$K_{i\text{гр}} = 0{,}5 \cdot \delta_i, \qquad (8)$$

где δ_i — показатель точности *i*-го летучего компонента (см. таблицу 2), %.

Если условие (7) не выполняется, повторяют определения с использованием вновь приготовленной градуировочной смеси. В случае повторного невыполнения требования (7) проводят повторную градуировку хроматографа по новым градуировочным смесям.

8.3 Порядок проведения определений

В испаритель (инжектор) хроматографа микрошприцем вместимостью 1 мм^3 вводят 1 мм^3 продукта, подготовленного по 6.2, и проводят определения при условиях хроматографирования, указанных в 8.1.

Записывают хроматограмму продукта. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых компонентов и идентифицируют пики в соответствии с установленными ранее временами удерживания.

Проводят два параллельных определения.

Считают, что компонент отсутствует в продукте, если его пик в характерной для него области удерживания не обнаружен.

9 Обработка результатов определений

9.1 Обработку результатов определений выполняют, используя программное обеспечение компьютера, входящего в комплект хроматографа.

9.2 Диапазоны определений массовой концентрации летучих компонентов, показатели точности, повторяемости, воспроизводимости и предел повторяемости приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики

Наименование летучего компонента	Диапазон определений массовой концентрации, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, % при $n = 2$, $P = 0,95$
Этаналь (ацетальдегид)	От 0,5 до 10 включ.	20	6,5	10	18
	Св. 10 до 500 включ.	12	4	6	11
Пропан-2-он (ацетон)	От 0,5 до 10 включ.	22	7	10,5	19
	Св. 10 до 500 включ.	13	4	6	11
Этилэтаноат (этилацетат)	От 0,5 до 10 включ.	21	7,5	11	21
	Св. 10 до 1000 включ.	15	5	7,5	14
Метанол (метиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	19	6	9	17
	Св. 10 до 1000 включ.	14	4,5	7	12,5
Пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	21	7	10,5	19
	Св. 10 до 500 включ.	14	4,5	7	12,5
Бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	22	7,5	11	21
	Св. 10 до 500 включ.	16	5,5	8	15
Пропан-1-ол (н-пропиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	22	7,5	11	21
	Св. 10 до 500 включ.	14	4,5	7	12,5
2-метилпропан-1-ол (изобутиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	21	7	10,5	19
	Св. 10 до 1000 включ.	12	4	6	11
Изоамилэтаноат (изоамилацетат)	От 0,5 до 10 включ.	24	8	12	22
	Св. 10 до 500 включ.	15	5	7,5	14
Бутан-1-ол (н-бутиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	21	7	10,5	19
	Св. 10 до 500 включ.	16	5,5	8	15
3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	22	7,5	11	21
	Св. 10 до 2000 включ.	15	5	7,5	14
Этилгексаноат (этилкапроат)	От 0,5 до 10 включ.	19	8	12	22
	Св. 10 до 500 включ.	12	5	7,5	14
Гексан-1-ол (н-гексиловый спирт)	От 0,5 до 10 включ.	22	7,5	11	21
	Св. 10 до 500 включ.	16	5,5	8	15
Этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат)	От 0,5 до 10 включ.	21	7	10,5	19
	Св. 10 до 500 включ.	15	5	7,5	14

Окончание таблицы 2

Наименование летучего компонента	Диапазон определений массовой концентрации, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, % при n = 2, P = 0,95
Этилоктаноат (этилкаприлат)	От 0,5 до 10 включ.	19	6	9	17
	Св. 10 до 500 включ.	12	4	6	11
Этилдеканоат (этилкапрат)	От 0,5 до 10 включ.	22	7,5	11	21
	Св. 10 до 500 включ.	15	5	7,5	14

9.3 За результат определений принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2\cdot\left|C_{i1}-C_{i2}\right|\cdot 100}{(C_{i1}+C_{i2})}\le r_i, \qquad (9)$$

где C_{i1}, C_{i2} — результаты параллельных определений массовой концентрации i-го летучего компонента, мг/дм^3;

r_i — значение предела повторяемости i-го летучего компонента (см. таблицу 2), %.

9.4 Если условие (9) не выполняется, проводят еще два определения. За результат определений принимают среднее арифметическое значение четырех результатов параллельных определений, если выполняется условие:

$$\frac{4\cdot\left|C_{i\text{макс}}-C_{i\text{мин}}\right|\cdot 100}{(C_{i1}+C_{i2}+C_{i3}+C_{i4})}\le CR_{i0,95}, \qquad (10)$$

где $C_{i\text{макс}}$, $C_{i\ \text{мин}}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации i-го летучего компонента, мг/дм^3;

$CR_{i\ 0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n — результатов определений:

$$CR_{i0,95}=f(n)\cdot\sigma_{ri},$$

для n = 4:

$$CR_{i0,95}=3,6\cdot\sigma_{ri}, \qquad (11)$$

где σ_{ri} — показатель повторяемости i-го летучего компонента (см. таблицу 2), %.

Если условие (10) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют определения в соответствии с требованиями метода определения.

9.5 Результат определения представляют в виде:

$$\overline{C_i}\pm 0,01\cdot\delta_i\cdot\overline{C}\ ,\ \text{при } P=0,95,$$

где $\overline{C_i}$ — среднее арифметическое значение n результатов определений массовой концентрации i-го летучего компонента, признанных приемлемыми по 9.3, 9.4, мг/дм^3;

$\pm\delta_i$ — границы относительной погрешности определений i-го летучего компонента (см. таблицу 2), %.

Числовое значение результатов определений должно оканчиваться цифрой того же порядка, что и значение абсолютной погрешности, содержащее не более двух значащих цифр.

Если массовая концентрация i-го летучего компонента в продукте выходит за пределы диапазона определений, приводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация _____ менее _____мг/дм^3 (более _____мг/дм^3)».

10 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов определений, полученных при сличительных испытаниях.

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

$$\left|C_{i\text{ср}1} - C_{i\text{ср}2}\right| \le CD_{i0,95}, \quad (12)$$

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

$CD_{i0,95}$ — значение критической разности для массовой концентрации i-го летучего компонента, мг/дм^3, вычисляемое по формуле:

$$CD_{i0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot C_{i\text{ср}1,2} \sqrt{\sigma_{Ri}^2 - \sigma_{ri}^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (13)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для параллельных определений;

0,01 — коэффициент перехода от процентов к абсолютным значениям;

$C_{i\text{ср}1,2}$ — среднее арифметическое значение массовой концентрации i-го летучего компонента, полученное в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

σ_{Ri} — показатель воспроизводимости (см. таблицу 2), %;

σ_{ri} — показатель повторяемости (см. таблицу 2), %;

n — количество выполненных определений, $n = 2$.

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

11 Контроль точности результатов определений при реализации метода в лаборатории

Контроль точности результатов определений при реализации метода в лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

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

12 Требования безопасности

12.1 К работе на газовом хроматографе допускаются лица, владеющие техникой газохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемого оборудования.

12.2 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

12.3 При проведении определений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

12.4 Помещение, в котором проводят определения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

12.5 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

12.6 Помещение, в котором проводят определения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.7 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

УДК 663.253.4:006.35 МКС 67.160.10

Ключевые слова: продукция винодельческая и сырье для ее производства, массовая концентрация летучих компонентов, газохроматографический метод

Редактор *Л.Л. Штендель*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 02.09.2016. Подписано в печать 14.09.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86.

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

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru