
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
НАУЧНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР САДОВОДСТВА, ВИНОГРАДАРСТВА,
ВИНОДЕЛИЯ**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ
В ВИНОДЕЛЬЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, СПИРТНЫХ
НАПИТКАХ, ПЛОДОВОЙ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**Краснодар
2023**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (ФГБНУ СКФНЦСВВ)

2 УТВЕРЖДЕНА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ Приказом директора ФГБНУ СКФНЦСВВ от 04.10.2023 г. № 159

3 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

4 СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

Методика (метод) измерений аттестована Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет») (Аттестат аккредитации № 01.00143-2013 от 11.12.2013г.).

Свидетельство об аттестации методики измерений №08-47/542.01.00143-2013.2023 от 05.10.2023

5 СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах <https://fgis.gost.ru/fundmetrology> в разделе «Аттестованные методики (методы) измерений» и <http://www.fcao.ru>.

Регистрационный код методики измерений по Федеральному реестру

1 Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации летучих компонентов в диапазоне измерений от 1 до 1000 мг/дм³ включительно методом капиллярной газовой хроматографии.

Настоящая методика позволяет идентифицировать и определять в винодельческой продукции, спиртных напитках, плодовой алкогольной продукции массовую концентрацию следующих летучих компонентов: альдегиды (этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кротоновый альдегид); кетоны (пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил); простые и сложные эфиры (диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтаноат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноат (этилбутират), изоамилэтаноат (изоамилацетат), этилгексаноат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), этилоктаноат (этилкаприлат), этилдеcanoат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин); спирты (метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол, 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль); летучие кислоты (уксусная, пропионовая, 2-метилпропановая (изомасляная), бутановая (масляная), 3-метилбутановая (изовалериановая), пентановая (валериановая).

Настоящая методика предназначена для использования при идентификации винодельческой продукции, спиртных напитков, плодовой алкогольной продукции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем документе использованы ссылки на следующие документы по стандартизации:

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 157-78 Реактивы. Бензальдегид. Технические условия
ГОСТ 1770-74 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 5830-79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия
ГОСТ 6016-77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
ГОСТ 8751-72 Реактивы. Спирт бензиловый. Технические условия
ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10930-74 Реактивы. Фурфурол. Технические условия
ГОСТ 17433-80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 26703-93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний
ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29224-91 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения
ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 31730-2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия
РМГ 76-2014 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечание – При использовании настоящего документа целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Российской Федерации по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменён (изменён), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться заменяющим (изменённым) стандартом. Если ссылочный стандарт отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

Настоящая методика измерений обеспечивает получение результатов с показателями точности измерений, не превышающих значений, приведенных в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Диапазон измерений, относительные значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности, точности при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратичное отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), $\sigma_R, \%$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при $P=0,95$), $\pm\delta, \%$	Показатель точности* (границы относительной погрешности при $P=0,95$), $\pm\delta, \%$
Альдегиды и кетоны - этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кротоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил)				
от 1,0 до 10 вкл.	6	7	12	18
св. 10 до 1000 вкл.	3	4	10	12
Спирты - метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт, пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль				
от 1,0 до 10 вкл.	6	7	12	18
св. 10 до 1000 вкл.	3	4	10	12
Сложные и простые эфиры - диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтаноат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноат (этилбутират), изоамилэтаноат (изоамилацетат), этилгексаноат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), этилоктаноат (этилкаприлат), этилдеканоат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин				
от 1,0 до 1000 вкл.	6	7	12	18
Летучие кислоты - уксусная, пропионовая, 2-метилпропановая (изомасляная), бутановая (масляная), 3-метилбутановая (изовалериановая), пентановая (валериановая)				
от 1,0 до 1000 вкл.	6	7	12	18

*- соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k=2$.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений используют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

4.1 Средства измерений

Хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с по ГОСТ 26703.

Весы лабораторные специального или высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Пипетки градуированные 1(2)-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной меткой 1-2-10 по ГОСТ 29169.

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

Цилиндры мерные 1-100-2; 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения от 0 до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 29224.

Микрошприц для хроматографии вместимостью 1; 5; 10 мм³.

4.2 Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая капиллярная НР-FFAP (производство США) 50 м x 0,32 мм x 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

Компьютер с программным обеспечением.

Стаканы В-1-25; В-1-50; В-1-100 по ГОСТ 25336.

Склянки любого типа с пробками, обеспечивающими герметичность для хранения градуировочных смесей.

Холодильник бытовой, обеспечивающий поддержание температуры (от 2 до 8) °С

4.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

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

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

Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.
Пропан-2-он Ацетон, ч.д.а. по ГОСТ 2603.
Спирт изобутиловый (2-метилбутан-1-ол) , ч.д.а. по ГОСТ 6016.
Спирт изоамиловый (2-метилбутан-1-ол), ч.д.а. по ГОСТ 5830.
Бензальдегид, ч. по ГОСТ 157.
Спирт бензиловый, ч.д.а. по ГОСТ 8751.
Этаналь (ацетальдегид) технический.
Диэтиловый (этиловый) эфир технический.
2Е-но-2-енал (кродоновый альдегид) для хроматографии, ч.
Метилацетат, ч.
Этилэтаноат (этилацетат) для хроматографии, х. ч.
Метанол (метиловый спирт) для хроматографии, х. ч.
Пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт) для хроматографии х. ч.
Пропан-1-ол (н-пропиловый спирт) для хроматографии, х. ч.
Бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт) для хроматографии, х. ч.
Бутан-1-ол (н-бутиловый спирт) для хроматографии, х. ч.
Пентан-1-ол (н-амиловый спирт) для хроматографии, х. ч.
Бутан-2-он для хроматографии, х. ч.
Гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), ч.
2-Фенилэтанол.
Изоамилэтаноат (изоамилацетат), ч.
2-метилпропилацетат (изобутилацетат), ч.
Этилбутаноат (этилбутират), ч.
Этилацеталь (ацеталь), ч.
Этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), ч.
Этилдеканоат (этилкапрат), ч.
Этилоктаноат (этилкаприлат), ч.
Этилгексаноат (этилкапроат), ч.
1,2-пропиленгликоль, ч.
Уксусная кислота, х.ч. ледяная, х.ч. по ГОСТ 61.
Пропионовая кислота, ч.
2-метилпропановая (изомасляная), ч.
Бутановая (масляная), ч.
3-метилбутановая (изовалериановая), ч.
Пентановая (валериановая), ч.
Триацетин, ч.
Фурфурол (фуран-2-карбальдегид) по ГОСТ 10930.

Примечания - Допускается использование других средств измерений, испытательного и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другим документам по стандартизации, в том числе импортным.

5 Метод измерений

Метод основан на хроматографическом разделении компонентов и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемый прибор.

6.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ не должно превышать допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

6.4 Контроль состояния параметров окружающей среды в лаборатории проводят по требованиям, документам и приборам, имеющимся в лаборатории.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование, владеющие навыками проведения анализа газохроматографическим методом, прошедших соответствующий инструктаж, получивших удовлетворительные результаты контрольных измерений.

8 Требования к условиям измерений

При подготовке проб к измерениям соблюдают следующие внешние условия:

- температура окружающего воздуха $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление (96 ± 11) кПа;
- относительная влажность воздуха не более 80 % при $25 ^\circ\text{C}$;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети (220 ± 22) В.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор и подготовка проб

Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ31730.

Пробу винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции разбавляют дистиллированной водой в 2 или 4 раза, при необходимости фильтруют.

9.2 Подготовка прибора и порядок проведения анализа

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

Кондиционирование капиллярной колонки

Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью (0,048 — 0,066) дм³/ч при температуре термостата колонок 180 °С в течение (4-8) ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

Приготовление водно-спиртового раствора (водный раствор этилового спирта), 40 %-ного раствора (по объему) 40 см³ 95 %-ного этилового ректификованного спирта по ГОСТ Р 51652 помещают в химический стакан вместимостью 100-150 см³, добавить 60 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Хранят в стеклянном сосуде с плотно закрывающейся крышкой.

Градуировку хроматографа и измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

температура детектора, °С.....	220 — 240
температура испарителя (инжектора), °С.....	180-220
начальная температура термостата, °С.....	70
выдержка, мин.....	8,5
скорость нагрева до температуры 180°С, °С/мин.....	5-7
выдержка, мин.....	15-20
коэффициент деления потока.....	40:1
газ-носитель.....	азот сжатый
скорость потока газа-носителя, дм ³ /ч.....	0,048-0,072
скорость потока воздуха, дм ³ /ч.....	18
скорость потока водорода, дм ³ /ч.....	1,8
объем пробы, мм ³	1

Допускается проведение градуировки и анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение, аналогичное приведенному на рисунке 1.

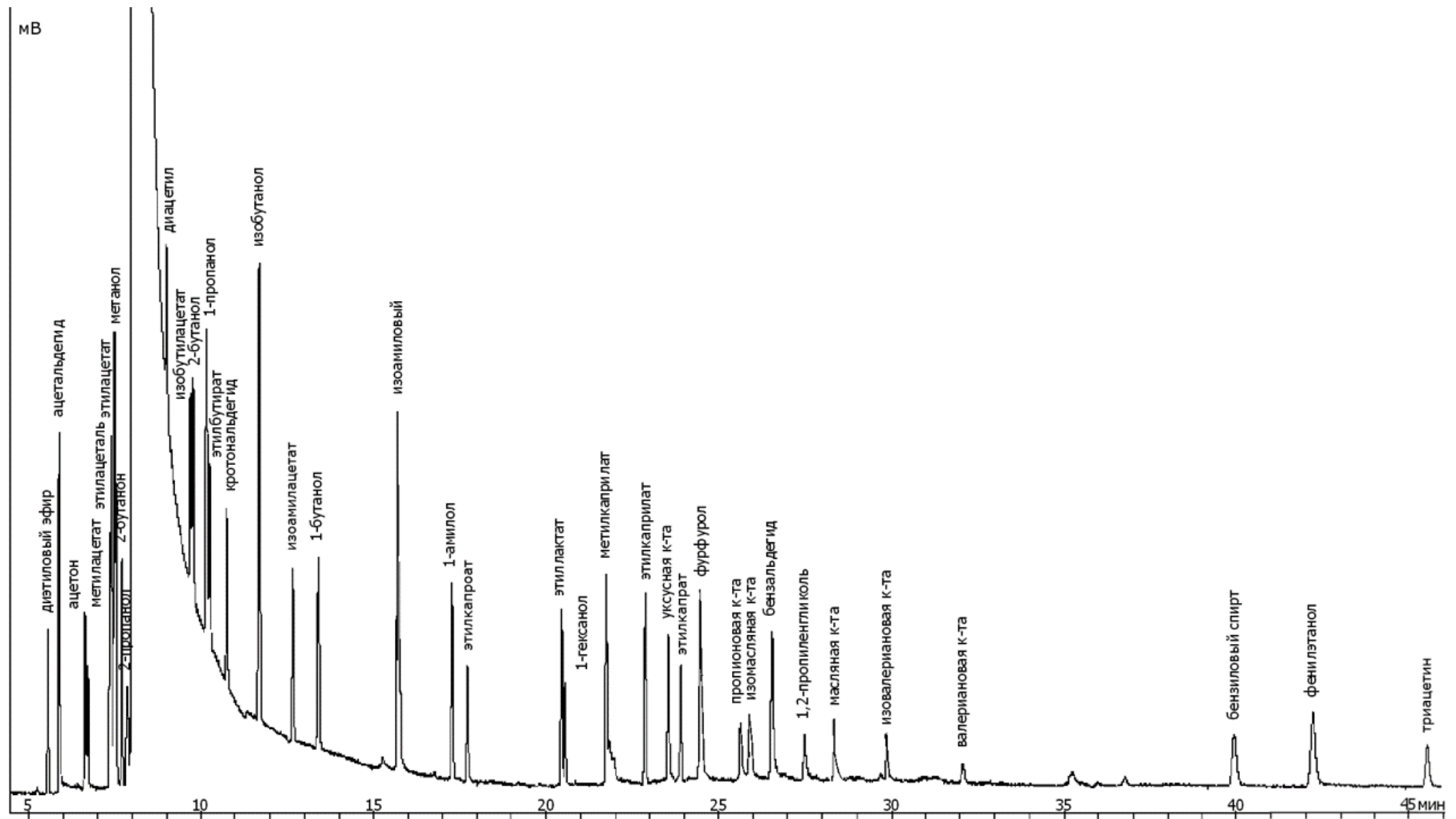


Рисунок 1 — Хроматограмма анализа градуировочной смеси, полученная на хроматографе, оснащенном капиллярной колонкой HP-FFAP

Порядок выхода компонентов на хроматограмме: 1-диэтиловый (этиловый) эфир, 2 - этаналь (ацетальдегид), 3 - пропан-2-он (ацетон), 4 - метилацетат, 5 - этилацеталь (ацеталь), 6 - этилэтаноеат (этилацетат), 7-метанол (метиловый спирт), 8 - бутан-2-он, 9 - пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), 10 - бутан-2,3-дион (диацетил); 11 - 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), 12 - бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), 13 - пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), 14 - этилбутаноеат (этилбутират), 15 - (2E)-но-2-енал (кротоновый альдегид), 16 - 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 17 - изоамилэтаноеат (изоамилацетат), 18 - бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 19 - 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), 20 - пентан-1-ол (н-амиловый спирт), 21 - этилгексаноеат (этилкапроат), 22- этил-2-гидроксипропаноеат (этиллактат), 23 - гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), 24 - этилоктаноеат (этилкаприлат); 25-уксусная кислота, 26 - этилдеканоеат (этилкапрат), 27 - фуран-2-карбальдегид (фурфурол), 28 - пропионовая, 29 - 2-метилпропановая (изомасляная), 30 - бензальдегид, 31 - 1,2-пропиленгликоль, 32 - бутановая (масляная), 33 - 3-метилбутановая (изовалериановая), 34-пентановая (валериановая), 35-бензиловый спирт, 36-2-фенилэтанол, 37-триацетин.

9.3 Приготовление градуировочных смесей и градуировка хроматографа

Прибор градуируют по искусственным смесям методом абсолютной градуировки.

9.3.1 Приготовление градуировочных смесей

Аттестованные градуировочные смеси определяемых компонентов винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции готовят из чистых веществ с массовой долей основного вещества не менее 98 % и 40 %-ного водно-спиртового раствора, используемого в качестве растворителя.

Градуировочная смесь должна содержать следующие вещества: этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кротоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил), диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтаноеат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноеат (этилбутират), изоамилэтаноеат (изоамилацетат), этилгексаноеат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноеат (этиллактат), этилоктаноеат (этилкаприлат), этилдеканоеат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин, метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол, 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль, кислота уксусная кислота, пропионовая кислота, 2-

метилпропановая (изомасляная) кислота, бутановая (масляная) кислота, 3-метилбутановая (изовалериановая) кислота, пентановая (валериановая) кислота.

Градуировочная смесь летучих компонентов винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции массовой концентрацией веществ 1000 мг/дм³

В мерную колбу с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ 40 %-ого водно-спиртового раствора, затем весовым методом вносят по 100 мг каждого из веществ.

Содержание колбы перемешивают, доводят до метки 40 %-ным водно-спиртовым раствором и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

Приготовление градуировочной смеси летучих компонентов винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции массовой концентрацией веществ 100 мг/дм³

В мерную колбу с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ 40 %-ого водно-спиртового раствора и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси массовой долей веществ 1000 мг/дм³.

Содержание колбы перемешивают, доводят до метки 40 %-ным водно-спиртовым раствором и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

Приготовление градуировочной смеси летучих компонентов винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции массовой концентрацией веществ 10 мг/дм³.

В мерную колбу с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ 40 %-ого водно-спиртового раствора и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси массовой долей веществ 100 мг/дм³.

Содержание колбы перемешивают, доводят до метки 40 %-ным водно-спиртовым раствором и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

Приготовление градуировочных смесей летучих компонентов винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции массовой концентрацией веществ 1 мг/дм³

В мерную колбу с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ 40 %-ого водно-спиртового раствора и пипеткой вместимостью 10 см³ вносят 10 см³ градуировочной смеси массовой долей веществ 10 мг/дм³.

Содержание колбы перемешивают, доводят до метки 40 %-ным водно-спиртовым раствором и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

Приготовление градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу.

Градуировочные смеси хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде. Срок хранения – 2 мес.

9.3.2 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций. Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ - летучих компонентов винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции. Измерения выполняют не менее двух раз. Типовая хроматограмма анализа градуировочной смеси представлена на рисунке 1.

Градуировочную характеристику устанавливают, обрабатывая экспериментальные данные методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения. Градуировка признается удовлетворительной, если коэффициент корреляции, рассчитанный программой, будет не менее 0,98. Измерения выполняют не менее двух раз в рабочих параметрах.

Градуировку обязательно проводят вновь в следующих случаях:

- при замене колонки;
- при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики.

9.3.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики заключается в определении параметров этой характеристики через установленные промежутки времени, сопоставлении их с первоначальными параметрами и оценки на этой основе возможности продолжения текущих измерений.

Средствами контроля являются градуировочные смеси, приготовленные по п. 9.3.1 - далее образцы для градуировки.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|X - C| \leq 0,01 \cdot C \cdot G_{gp}, \quad (1)$$

где X - результат контрольного измерения содержания определяемого вещества в образце для градуировки, мг/дм³;

C - аттестованное содержание определяемого вещества в образце для градуировки, мг/дм³ ;

G_{gp} – норматив контроля градуировочной характеристики при $P=0,95$.

($G_{gp}= 8 \%$).

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного из определяемых веществ образца для

градуировки, необходимо выполнить повторное измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины ее нестабильности и повторяют контроль с использованием образцов для градуировки, предусмотренных методикой измерений. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики ее устанавливают заново.

10 Выполнение измерений

Перед проведением анализа образца проводят «холостой» анализ (без ввода образца).

Затем, проводят анализ испытуемого образца винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции. Для этого в испаритель (инжектор) микрошприцем вводят 1 мм³ подготовленного испытуемого образца и выполняют хроматографическое разделение.

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому индивидуальному веществу.

Проводят два параллельных определения массовой концентрации летучих компонентов в образце винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции.

Если измеренные значения массовой концентрации одного или нескольких компонентов в пробе превышают верхние границы диапазонов градуировочной характеристики, то пробу разбавляют дистиллированной водой так, чтобы массовая концентрация компонентов в полученном растворе находилась в середине линейного диапазона измеряемых значений массовой концентрации, и повторяют регистрацию хроматограммы.

Коэффициент разбавления пробы вычисляют по формуле:

$$k=V_k/V_a \quad (2)$$

где V_k – объем разбавленной пробы, см³;

V_a – объем аликвотной порции пробы, взятой для разбавления, см³.

11 Обработка результатов измерений, проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости и установление их окончательных значений

Используя хроматограмму, полученную при помощи программного обеспечения к прибору, рассчитывают массовые концентрации определяемых веществ по установленным градуировочным зависимостям.

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

За результат измерений принимают среднее арифметическое (\bar{X}) двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq r \quad (3)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации определяемого компонента, полученные в условиях повторяемости, мг/дм³;

r – предел повторяемости, (%). Относительное значение предела повторяемости приведено в таблице 2.

При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов четырех параллельных определений равен или меньше предела повторяемости r^* , то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Относительные значения предела повторяемости (r^*) для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 2.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше r^* , то за результат измерений может быть принята медиана. При четном числе вариантов медиану находят как среднее арифметическое из двух центральных величин:

$$X = \frac{X_2 + X_3}{2}, \quad (4)$$

$$X_1 < X_2 < X_3 < X_4$$

Т а б л и ц а 2 - Определяемые вещества, диапазоны измерений, относительные значения предела повторяемости при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях повторяемости), r , %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между четырьмя результатами, полученными в условиях повторяемости) r^* , %
Альдегиды и кетоны - этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кетоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил)		
от 1,0 до 10 вкл.	17	18
св. 10 до 1000 вкл.	8	11

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях повторяемости), r, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между четырьмя результатами, полученными в условиях повторяемости) r*, %
Спирты - метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт, пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексильный спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль		
от 1,0 до 10 вкл.	17	18
св. 10 до 1000 вкл.	8	11
Сложные и простые эфиры - диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтанат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноат (этилбутират), изоамилэтанат (изоамилацетат), этилгексаноат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), этилоктаноат (этилкаприлат), этилдеканат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин		
от 1,0 до 1000 вкл.	17	18
Летучие кислоты - уксусная, пропионовая, 2-метилпропановая (изомасляная), бутановая (масляная), 3-метилбутановая (изовалериановая), пентановая (валериановая)		
от 1,0 до 1000 вкл.	17	18

12 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \text{ при } P=0,95, \text{ либо } (\bar{X} \pm U), \text{ г/дм}^3, \text{ при } k=2$$

где \bar{X} – среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации определяемого летучего вещества в пробе винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции, мг/дм³;

Δ – границы абсолютной погрешности определения, мг/дм³, при доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляемые по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X} \quad (5)$$

где δ – границы относительной погрешности измерений массовой концентрации определяемого летучего вещества в пробе. Значения δ приведены в таблице 1.

U – расширенная неопределенность измерений массовой концентрации определяемого летучего вещества в пробе, вычисляемая по формуле:

$$U=0,01 \cdot U_{\text{отн}} \cdot \bar{X} \quad (6)$$

где $U_{\text{отн}}$ – расширенная неопределенность (в относительных единицах) при $k=2$ (таблица 1), %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

Допустимо представлять результат в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_{\text{л}} \quad P=0,95, \text{ либо } \bar{X} \pm U_{\text{л}} \quad (k=2)$$

при условии $\Delta_{\text{л}} < \Delta$, либо $U_{\text{л}} < U$

где $\Delta_{\text{л}}$ ($U_{\text{л}}$) – значение характеристики погрешности (неопределенности) результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:

$$\Delta_{\text{л}} = 0,84 \cdot \Delta, \quad (7)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Для пересчета на безводный спирт результаты измерений умножают на коэффициент пересчета Π по формуле

$$X_{\text{б.с.}} = \bar{X} \Pi \quad (8)$$

где $X_{\text{б.с.}}$ – массовая концентрация летучего вещества, мг/дм³, в пересчете на безводный спирт;

Π - коэффициент пересчета, определяемый по формуле

$$\Pi = 100 / P, \quad (9)$$

где 100 – объемная доля безводного спирта, %;

P – объемная доля этилового спирта в анализируемой пробе, %.

13 Контроль точности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль точности результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

-оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности результатов анализа при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

-контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности);

- проверка приемлимости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

В качестве образцов для контроля (ОК) используют аттестованные смеси летучих компонентов, определяемых по настоящей методике измерений.

Принимают, что ОК адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах ОК и анализируемых проб не вносят в результаты анализа дополнительную статистически значимую погрешность). Процедура приготовления аттестованной смеси изложена в Приложении А настоящей методики, аналогична процедуре приготовления рабочих градуировочных смесей, при этом погрешность аттестованного значения ОК - не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

При реализации контрольной процедуры получают результат контрольного измерения аттестованной характеристики образца для контроля \bar{X} и сравнивают его с аттестованным значением C .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле

$$K_k = \bar{X} - C, \quad (10)$$

где \bar{X} – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого вещества в ОК, мг/дм³;

C – аттестованное значение определяемого вещества в ОК, мг/дм³.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_n, \quad (11)$$

где $\pm \Delta_n$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению ОК.

$$\Delta_n = 0,01 \cdot \delta_n \cdot \bar{X}, \quad (12)$$

где δ_n – значение характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики.

Сопоставляют результат контрольной процедуры с нормативом контроля. Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (13)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов анализа и оценки деятельности лаборатории в целом.

Форма реализации контроля стабильности результатов анализа, получаемых в лаборатории, может быть выбрана в соответствии с РМГ 76. Периодичность контроля процедуры измерений регламентирована в документах лаборатории.

Контроль стабильности результатов, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности

Образцами для проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности (в пределах одной лаборатории, разными операторами, в разное время), являются рабочие пробы винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции, подготовленные в соответствии с п.9.1

Результаты измерений признают приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq R_n \quad (14)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации определяемого летучего компонента в пробе, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, мг/дм³;

R_n – предел внутрилабораторной прецизионности, (%). Относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности рассчитывается по формуле:

$$R_{\text{л}} = 0,84 \cdot R, \quad (15)$$

где R – предел воспроизводимости, %. Относительное значение предела воспроизводимости приведено в таблице 3.

Если условие (14) не выполняется, процедуру повторяют. При повторном превышении предела внутрилабораторной прецизионности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3 Контроль воспроизводимости результатов измерений

Для контроля воспроизводимости результатов измерений используют образцы для оценивания, которые анализируют в разных лабораториях в соответствии с прописью методики. В качестве образцов для оценивания массовой концентрации определяемого летучего компонента в пробе, используют идентичные образцы винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции.

Расхождение между средними результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq R \quad (16)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации определяемого летучего компонента в пробе, полученные в условиях воспроизводимости, мг/дм³;

R – предел воспроизводимости, %. Относительные значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 - Определяемые вещества, диапазоны измерений, относительные значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости) $R, \%$
<i>Альдегиды и кетоны</i> - этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кетоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил)	
от 1,0 до 10 вкл.	19
св. 10 до 1000 вкл.	13
<i>Спирты</i> - метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт, пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль	
от 1,0 до 10 вкл.	19

св. 10 до 1000 вкл.	13
Сложные и простые эфиры - диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтаноеат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноеат (этилбутират), изоамилэтаноеат (изоамилацетат), этилгексаноеат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноеат (этиллактат), этилоктаноеат (этилкаприлат), этилдеканоеат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин	
от 1,0 до 1000 вкл.	19
Летучие кислоты - уксусная, пропионовая, 2-метилпропановая (изомасляная), бутановая (масляная), 3-метилбутановая (изовалериановая), пентановая (валериановая)	
от 1,0 до 1000 вкл.	19

При выполнении условия (16) приемлемы оба результата измерений.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6

Приложение А (рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных смесей летучих компонентов для контроля точности результатов измерений их массовых концентраций в винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции газохроматографическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных смесей летучих компонентов (этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2Е)-но-2-енал (кртоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил), диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтаноат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноат (этилбутират), изоамилэтаноат (изоамилацетат), этилгексаноат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), этилоктаноат (этилкаприлат), этилдеканоат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин), метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол, 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль, кислота уксусная кислота, пропионовая кислота, 2-метилпропановая (изомасляная) кислота, бутановая (масляная) кислота, 3-метилбутановая (изовалериановая) кислота, пентановая (валериановая) кислота), предназначенных для контроля точности результатов измерений их массовых концентраций в винодельческой продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции газохроматографическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Для контроля точности результатов измерений массовых концентраций летучих компонентов продукции/спиртных напитков/плодовой алкогольной продукции в диапазоне от 1 до 1000 мг/дм³ включительно используют следующие аттестованные смеси (далее - АС).

Таблица А.1

Наименование АС	Аттестованное значение массовых концентраций летучих компонентов, мг/дм ³	Погрешность аттестованного значения при P=0,95	
		Абсолютное значение, $\pm\Delta$, мг/дм ³	Относительное значение, $\pm\delta$, %
АС № 1	1	Рассчитывается в соответствии с разделом А.9	
АС № 2	10		
АС № 3	100		
АС № 4	1000		

А.3 Средства измерений, реактивы

А.3.1 Средства измерений

Весы лабораторные специального или высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Пипетки с одной меткой 1-2-10 по ГОСТ 29169.

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

Цилиндры мерные 1-100-2; 3-100-2 по ГОСТ 1770.

А.3.2 Реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

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

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

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

Бензальдегид, ч. по ГОСТ 157.

Спирт бензиловый, ч.д.а. по ГОСТ 8751.

Этаналь (ацетальдегид) технический.

Диэтиловый (этиловый) эфир технический.

2Е-но-2-енал (кродоновый альдегид) для хроматографии, ч.

Метилацетат, ч.

Этилэтанат (этилацетат) для хроматографии, х. ч.

Метанол (метиловый спирт) для хроматографии, х. ч.

Пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт) для хроматографии х. ч.

Пропан-1-ол (н-пропиловый спирт) для хроматографии, х. ч.

Бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт) для хроматографии, х. ч.

Бутан-1-ол (н-бутиловый спирт) для хроматографии, х. ч.

Пентан-1-ол (н-амиловый спирт) для хроматографии, х. ч.

Бутан-2-он для хроматографии, х. ч.

Гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), ч.

2-Фенилэтанол.
Изоамилэтаноеат (изоамилаааетат)
2-метилпропилаааетат (изобутилаааетат), ч.
Этилбутаноеат (этилбутират), ч.
Этилаааеталь (ааеталь), ч.
Этил-2-гидроксипропаноеат (этиллаааетат), ч.
Этилдеканоеат (этилкапрат), ч.
Этилоктаноеат (этилкаприлат), ч.
Этилгексаноеат (этилкапроат), ч.
1,2-пропиленглиаеоль, ч.
Уаесуная аислааа, х.ч. леаяная, х.ч. по ГОСТ 61.
Пропионовая аислааа, ч.
2-метилпропановая (изомасляная), ч.
Бутановая (масляная), ч.
3-метилбутановая (изовалериановая), ч.
Пентановая (валериановая), ч.
Триаааетин, ч.
Фурафурул (фуран-2-карбальаееид) по ГОСТ 10930.

А.4 Требования безопасности

При приаееовлении аттестованных смесей по настоящей методике соблюаают следующие требования:

- Требования аехники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- Требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
- Помещение, в котором проводятся работы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021; содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;
- Приаееовление градуировочных смесей проводят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу.

А.5 Требования к квалификации операторов

Аттестованную смесь может аееовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку.

А.6 Требования к маркировке

На склянки должны быть наклеены этикетки с наименованием аттестованной смеси и указанием массовых концентраций летучих компонентов.

А.7 Условия хранения

Аттестованные смеси хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде. Срок хранения – 2 мес.

А.8 Процедура приготовления

А.8.1 Приготовление АС № 4 с аттестованными значениями содержания летучих компонентов 1000 мг/дм³.

Отбирают навески летучих компонентов (этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кетоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил), диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтанат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноат (этилбутират), изоамилэтанат (изомилацетат), этилгексаноат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), этилоктаноат (этилкаприлат), этилдеканоат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин), метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол, 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексиловый спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль, кислота уксусная кислота, пропионовая кислота, 2-метилпропановая (изомасляная) кислота, бутановая (масляная) кислота, 3-метилбутановая (изовалериановая) кислота, пентановая (валериановая) кислота) массой точно $(0,1000 \pm 0,0001)$ г каждую и вносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³, в которую предварительно добавляют 50 см³ 40 %-ого водно-спиртового раствора, перемешивают содержимое и доводят объем раствора в колбе до метки 40 %-ым водно-спиртовым раствором. Смесь выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

А.8.2 Приготовление АС № 3 с аттестованными значениями содержания летучих компонентов 100 мг/дм³.

Аттестованную смесь АС № 3 готовят разбавлением АС № 4 в 10 раз: пипеткой с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169 10 см³ АС № 4 и помещают в мерную колбу КМ 2-100-2, перемешивают содержимое и доводят объем в колбе до метки 40 %-ым водно-спиртовым раствором. Смесь выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

А.8.3 Приготовление АС № 2 с аттестованными значениями массовых концентраций летучих компонентов 10 мг/дм³.

Аттестованную смесь АС № 2 готовят разбавлением АС № 3 в 10 раз: пипеткой с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169 10 см³ АС № 3 и помещают в мерную колбу КМ 2-100-2, перемешивают содержимое и доводят объем в колбе до метки 40 %-ым водно-спиртовым раствором. Смесь выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

А.8.4 Приготовление АС № 1 с аттестованными значениями массовых концентраций летучих компонентов 1 мг/дм³.

Аттестованную смесь АС № 1 готовят разбавлением АС № 2 в 10 раз: пипеткой с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169 10 см³ АС № 2 и помещают в мерную колбу КМ 2-100-2, перемешивают содержимое и доводят объем в колбе до метки 40 %-ым водно-спиртовым раствором. Смесь выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

А.9 Расчет метрологических характеристик

А. 9.1 Расчет характеристики погрешности аттестованного значения содержания каждого из летучих компонентов в АС № 4 (1000 мг/дм³).

Характеристика погрешности, мг/дм³, составит:

$$\Delta_{АС1000} = 1000 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{\mu}}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{КМ100}}{V_{КМ100}}\right)^2},$$

где μ - массовая доля летучего компонента (основного вещества по паспортным данным на реактив), %;

Δ_{μ} - характеристика погрешности установления массовой доли основного вещества в реактиве - летучем компоненте АС, (в соответствии с НД на вещество) %;

M - навеска летучего компонента, взятая для приготовления АС, г;

Δ_m - характеристика погрешности взвешивания (в соответствии с ГОСТ Р 53228), г;

$V_{КМ100}$ - вместимость мерной колбы КМ 2-100-2, см³;

$\Delta_{КМ100}$ - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности вместимости колбы КМ 100 2-го класса точности в соответствии с ГОСТ 1770).

А.9.2 Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации каждого из летучих компонентов в АС № 3 (100 мг/дм³).

Характеристика погрешности, мг/дм³, составит:

$$\Delta_{AC100} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{AC1000}}{C_{AC1000}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{mn10}}{V_{mn10}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{KM100}}{V_{KM100}}\right)^2},$$

где C_{AC1000} – массовая концентрация летучего компонента в АС № 4, равная 1000 мг/дм³;

Δ_{AC1000} - характеристика погрешности, установленная по п. А.9.1, мг/дм³;

V_{mn10} - объем, взятый пипеткой с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169, см³;

Δ_{mn10} - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности объема пипетки в соответствии с ГОСТ 29169), см³;

V_{KM100} - вместимость мерной колбы КМ-100, см³;

Δ_{KM100} - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности вместимости колбы КМ100 2-го класса точности в соответствии с ГОСТ 1770).

А.9.3 Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации каждого из летучих компонентов в АС № 2 (10 мг/дм³).

Характеристика погрешности, мг/дм³, составит:

$$\Delta_{AC10} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{AC100}}{C_{AC100}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{mn10}}{V_{mn10}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{KM100}}{V_{KM100}}\right)^2},$$

где C_{AC100} - содержание лет компонента в АС № 3, равная 100 мг/дм³;

Δ_{AC100} - характеристика погрешности, установленная по п. А.9.2, мг/дм³;

V_{mn10} - объем, взятый пипеткой с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169, см³;

Δ_{mn10} - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности объема пипетки в соответствии с ГОСТ 29169), см³;

V_{KM100} - вместимость мерной колбы КМ-100, см³;

Δ_{KM100} - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности вместимости колбы КМ100 2-го класса точности в соответствии с ГОСТ 1770).

А.9.4 Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации каждого из летучих компонентов в АС № 1 (1 мг/дм³).

Характеристика погрешности, мг/дм³, составит:

$$\Delta_{AC1} = 1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{AC10}}{C_{AC10}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{mn10}}{V_{mn10}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{KM100}}{V_{KM100}}\right)^2},$$

где C_{AC10} – массовая концентрация летучего компонента в АС № 3, равная 10 мг/дм³;

Δ_{AC10} - характеристика погрешности, установленная по п. А.9.3, мг/дм³;

V_{pip10} - объем, взятый пипеткой с одной меткой 2-2-10 по ГОСТ 29169, см³;


Δ_{pip10} - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности объема пипетки в соответствии с ГОСТ 29169), см³;

V_{KM100} - вместимость мерной колбы КМ-100, см³;

Δ_{KM100} - характеристика погрешности установления объема (предел допускаемой погрешности вместимости колбы КМ100 2-го класса точности в соответствии с ГОСТ 1770).

Ключевые слова: этаналь (ацетальдегид), фуран-2-карбальдегид (фурфурол), бензальдегид, (2E)-но-2-енал (кетоновый альдегид), пропан-2-он (ацетон), бутан-2-он, бутан-2,3-дион (диацетил), диэтиловый (этиловый) эфир, метилацетат, этилэтаноат (этилацетат), 2-метилпропилацетат (изобутилацетат), этилбутаноат (этилбутират), изоамилэтаноат (изоамилацетат), этилгексаноат (этилкапроат), этил-2-гидроксипропаноат (этиллактат), этилоктаноат (этилкаприлат), этилдеканоат (этилкапрат), этилацеталь (ацеталь), триацетин), метанол (метиловый спирт), пропан-2-ол (втор-пропиловый спирт), пропан-1-ол (н-пропиловый спирт), бутан-2-ол (втор-бутиловый спирт), бутан-1-ол (н-бутиловый спирт), 2-метилбутан-1-ол (изобутиловый спирт), 3-метилбутан-1-ол, 2-метилбутан-1-ол (изоамиловый спирт), пентан-1-ол (н-амиловый спирт), гексан-1-ол (н-гексильный спирт), бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль, кислота уксусная, пропионовая кислота, 2-метилпропановая (изомасляная) кислота, бутановая (масляная) кислота, 3-метилбутановая (изовалериановая) кислота, пентановая (валериановая) кислота, хроматограмма


Руководитель разработки:
Заведующая НЦ «Виноделие», доктор
техн. наук, доцент


подпись, дата
04.10.23 О.Н. Шелудько

Исполнители:
Гл. науч. сотр. лаборатории
виноделия, доктор техн. наук, проф.


подпись, дата
04.10.23 Н.М. Агеева


Врио зав. лабораторией виноделия, ст.
науч. сотр., канд. техн. наук


подпись, дата
04.10.23 Л.Э. Чемисова


Зав. ЦКП «Приборно-аналитический»,
канд. техн. наук


подпись, дата
04.10.2023 М.В. Антоненко

Старший научный сотрудник
лаборатории виноделия, канд. техн.
наук


подпись, дата
04.10.2023 О.П. Антоненко

Науч. сотр. ЦКП «Приборно-
аналитический», канд. техн. наук


подпись, дата
04.10.2023 К.В. Резниченко

Зав. лабораторией информационно-
аналитической


подпись, дата
04.10.23 Ю.Ф. Якуба

Утверждена приказом директора ФГБНУ СКФНЦСВВ № 159 от 04.10.2023 г.

Руководитель
предприятия-разработчика

Директор ФГБНУ СКФНЦСВВ,
доктор экон. наук, профессор

должность



личная подпись

Е.А. Егоров

инициалы, фамилия