



BSU INP

Корректное определение компонентного состава алкогольной и спиртосодержащей продукции

С.В.Черепица, Н.В.Кулевич, С.Н.Сытова

Институт ядерных проблем Белгосуниверситета,

chere@inp.bsu.by

Введение

Во всех, без исключения, национальных и международных, в том числе в американских АОАС (**Association of Official Analytical Chemists**) и в европейских директивах **Commission Regulation EC 2870-2000, International Organisation of Vine and Wine (OIV)** в алкогольных напитках нормируется предельное содержание следующих 9 токсичных компонентов в мг на литр безводного спирта (**Absolute Alcohol - AA**): *ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, изобутанол, н-бутанол, изоамилол.*

Величины концентраций исследуемых компонентов должны выражаться в мг на литр безводного спирта **mg/L (AA)**.

Для количественных расчетов во всем мире, кроме СНГ, предписано применять метод внутреннего стандарта (**Internal Standard - IS**). Нормативные документы предписывают использовать **1-пентнол** или **2-пентанол** в качестве **IS**.

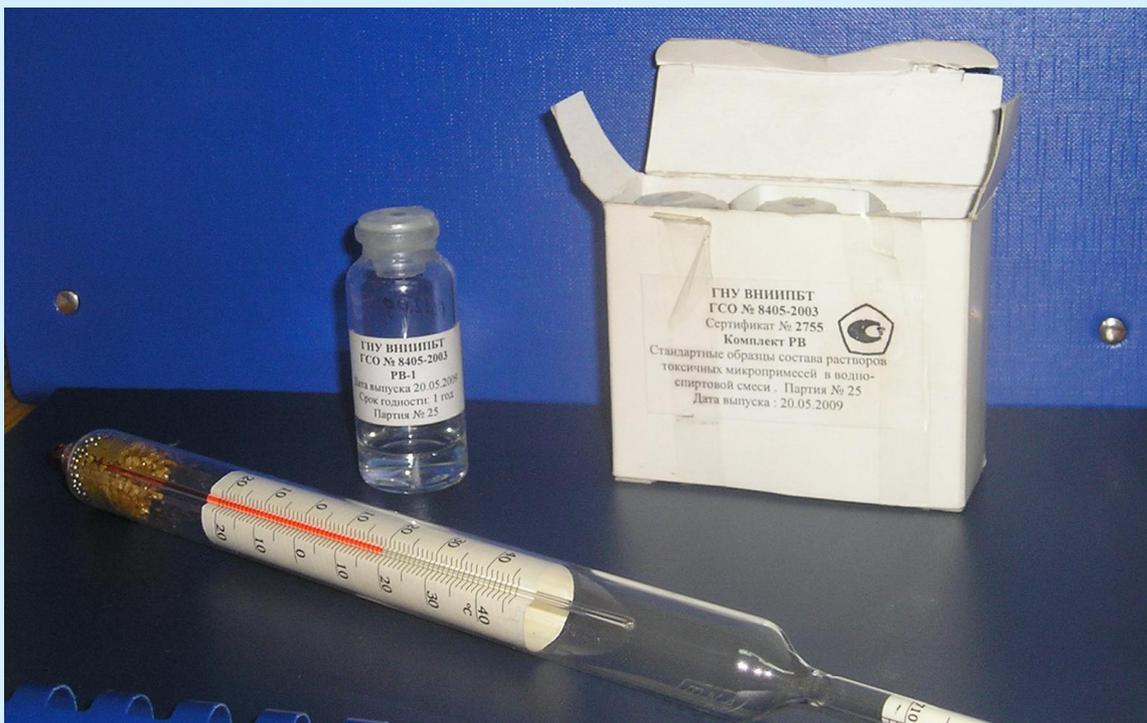
В странах СНГ количественные расчеты предписано выполнять методом внешнего стандарта (**External Standard - ES**).

Окончательно, для получения величин концентраций в **mg/L (AA)** необходимо измерить объемное содержание **этанола** в образце (крепость - **alcohol strength**).

До сих пор имелось 2 нерешенные проблемы:

1-ая нерешенная проблема

Каким образом имеющимися в реестре СИ измерить объемное содержание этанола (крепость) в образцах бренди/виски/когдадоса/коньяка объемом менее 20 мл ?



Для дистилляции объем исследуемого образца должен быть не менее 250 мл.

До сих пор имелось 2 нерешенные проблемы:

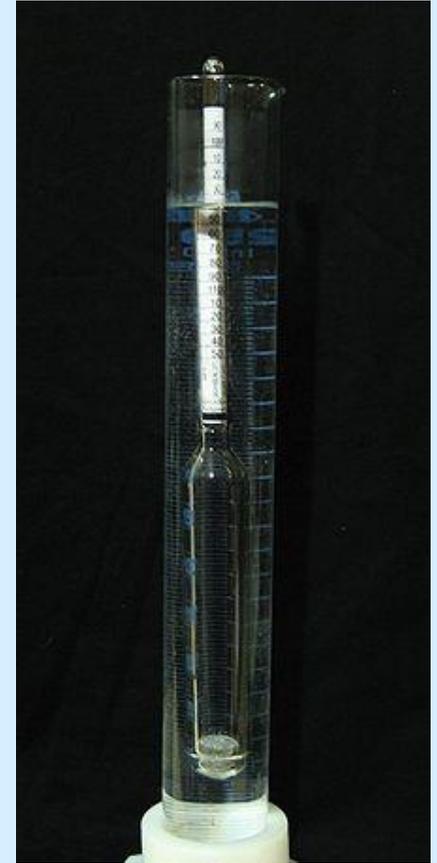
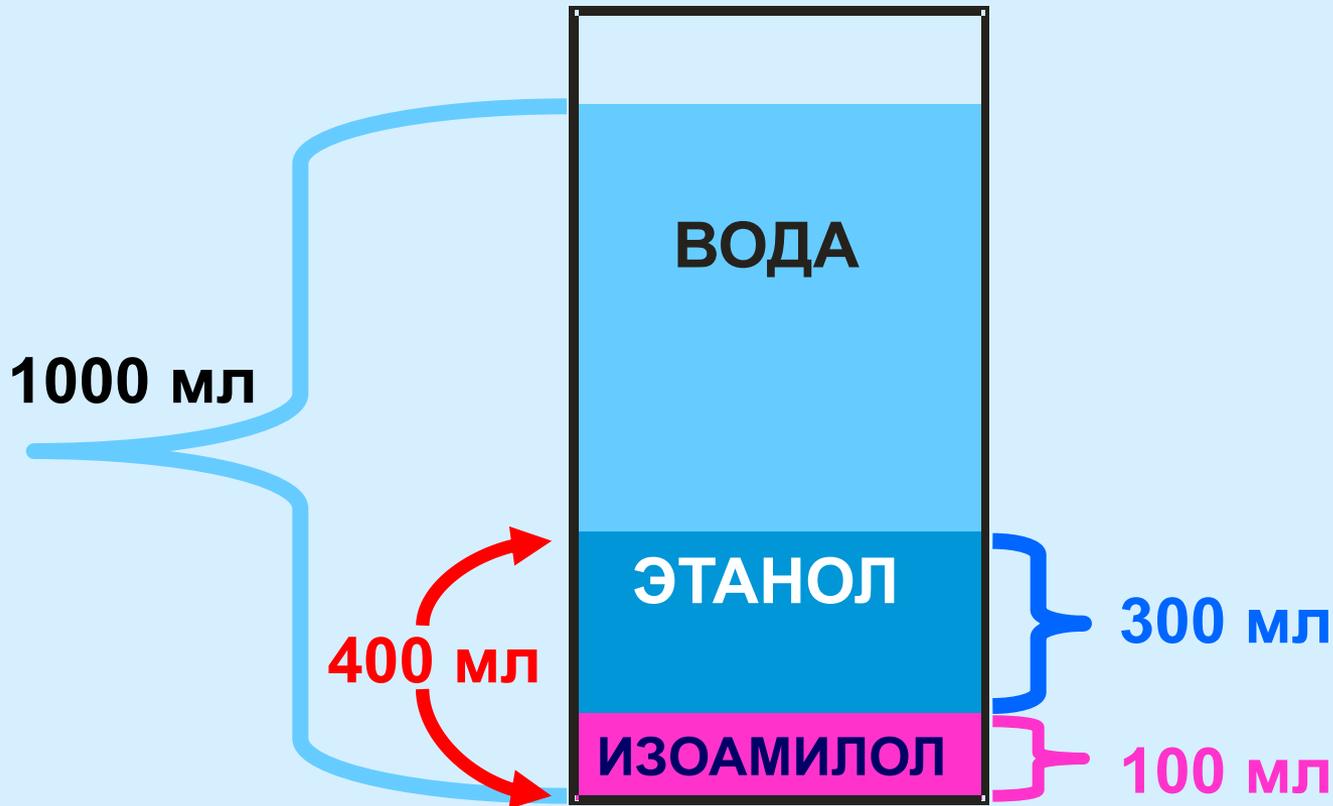
2-ая нерешенная проблема



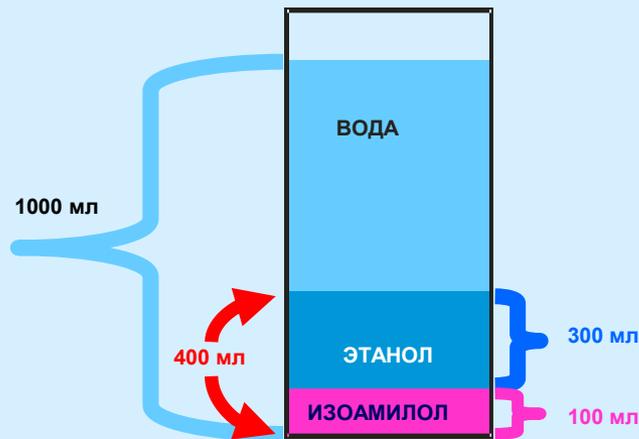
Каким образом измерить объемное содержание этанола (крепость) в образцах бренди/виски/когдадоса/коньяка с требуемой точностью не менее 0,1% при величине концентраций примесей, например, изоамилол, более 0,3% ?

Примечание: концентрации изоамилола в спиртах-сырцах часто превосходит величину в **10 %**.

Не бинарные водно-этанольные смеси !



При определении объемного содержания **этанола** в спиртосодержащей смеси вода:этанол:изоамилол, приготовленной в соотношении 60:30:10, спиртометрическим ареометром СНП-1 по ГОСТ 3639-79 получают значение “**видимой крепости**” 40%(v/v) вместо истинной крепости в 30%(v/v).



С помощью ареометра или пикнометра измеряют непосредственно величину плотности исследуемой жидкости, обусловленную концентрацией безводной составляющей спиртосодержащего образца и концентрацией воды.

Наличие в **безводной** составляющей спиртосодержащего образца в заметной концентрации «**неэтанольных**» компонентов (**эфирь, альдегидь, спирть**) приводит к заметному долевоу вкладу этих соединений в величину плотности исследуемого спиртосодержащего образца.

Как следствие, прямой расчет объемного содержания этилового спирта по ГОСТ 3639-79 для таких спиртосодержащих продуктов дает величину крепости, которая может существенно отличаться от истинной.

Использование некорректно рассчитанного объемного содержания этилового спирта приводит к неверным результатам определения величин концентраций летучих органических соединений в спиртосодержащей продукции, выраженных в **мг/л (АА)**.

Инновация

Решение 1-ой проблемы достигается путем применения нового методического подхода ([Journal of Agricultural and Food Chemistry](#), 2013, 61 (12), 2950–2956 [DOI:10.1021/jf3044956](#)), заключающегося в использовании этанола в качестве внутреннего стандарта (IS) при количественном определении летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции непосредственно в **mg/L (AA)**.

Решение 2-ой проблемы достигается путем расчета ([Известия вузов. Пищевая технология](#). 2013, №4, С104-107) объемной концентрации воды, этанола и других летучих компонентов в исследуемом образце на основе величины измеренной его плотности по ГОСТ 3639 в **mg/L** и величин концентраций определяемых летучих компонентов относительно этанола в **mg/L (AA)**.

Теоретическое обоснование

Градуировка средства измерения (хроматографа) в данном случае заключается в традиционном определении относительных коэффициентов отклика (Relative Response Factors – RRF_i) для каждого исследуемого компонента относительно внутреннего стандарта - **этанола**.

Величины RRF_i вычисляются из хроматографических данных стандартных образцов, приготовленных гравиметрическим методом, с известными концентрациями исследуемых компонентов, выраженными в **mg/L (AA)**:

$$RRF_i = RF_i / RF_{IS} = \frac{C_i^{st}(sol)}{A_i^{st}} / \frac{C_{IS}^{st}(sol)}{A_{IS}^{st}} = \frac{A_{IS}^{st} \cdot C_i^{st}(sol)}{A_i^{st} \cdot C_{IS}^{st}(sol)} = \frac{A_{IS}^{st} \cdot C_i^{st}}{A_i^{st} \cdot \rho_{Et}} \quad (1)$$

где $\rho_{Et} = 789300 \text{ mg/L}$ – плотность этанола.

Величина концентрации i -го исследуемого летучего компонента относительно **этанола** имеет следующий вид:

$$\tilde{C}_i = RRF_i \frac{A_i}{A_{Eth}} \rho_{Eth} = \left(\frac{\tilde{C}_i^{st}}{A_i^{st}} / \frac{\tilde{C}_{Eth}^{st}}{A_{Eth}^{st}} \right) \frac{A_i}{A_{Eth}} \rho_{Eth} = \tilde{C}_i^{st} \frac{A_{Eth}^{st}}{A_i^{st}} \frac{A_i}{A_{Eth}} \quad (2)$$

Величины объемных концентраций (**v/v**) воды и летучих компонентов, в том числе и этанола, определяются выражениями (3) и (4), соответственно:

$$C_W = \frac{\rho_T \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i}{\rho_W \cdot F(C_W, C_{Eth}) \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i} \quad (3)$$

$$C_i = (1 - C_W) \cdot \left(\frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} \right) / \left(\sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} \right) \quad (4)$$

Валидация метода. Стандартные образцы (СО)

Стандартные образцы компонентного состава летучих компонентов в спиртосодержащей продукции приготавливают гравиметрическим методом.

Концентрация:
$$C_*^i(A) = \rho_{Et} \cdot \frac{C^i \cdot m_A^i + C^i(Et) \cdot m_A^{Et}}{C^{Et}(Et) \cdot m_A^{Et} + \sum_{j=1}^9 C_j^{Et} \cdot m_A^j}, \quad i = 1, \dots, 9 \quad (5)$$

Неопределенность концентрации:

$$u(C_*^i(A)) = \left[\left(\frac{\rho_{Et} \cdot C^i - C_*^i(A) \cdot C_i^{Et}}{Z(A)} \cdot u(m_A^i) \right)^2 + \left(\frac{\rho_{Et} \cdot m_A^i}{Z(A)} \cdot u(C^i) \right)^2 + \left(\frac{\rho_{Et} \cdot C^i(Et) - C_*^i(A) \cdot C^{Et}}{Z(A)} \cdot u(m_A^{Et}) \right)^2 + \left(\frac{\rho_{Et} \cdot m_A^{Et}}{Z(A)} \cdot u(C^i(Et)) \right)^2 + \left(\frac{C_*^i(A) \cdot m_A^{Et}}{Z(A)} \cdot u(C^{Et}) \right)^2 + \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^9 \left(\frac{C_*^i(A) \cdot C_j^{Et}}{Z(A)} \cdot u(m_A^j) \right)^2 + \sum_{j=1}^9 \left(\frac{C_*^i(A) \cdot m_A^j}{Z(A)} \cdot u(C_j^{Et}) \right)^2 \right]^{1/2} + \left[\sum_{j=1(j \neq i)}^9 u^2(C^j(i)) \right]^{1/2} \quad (6)$$
$$Z(A) = C^{Et}(Et) \cdot m_A^{Et} + \sum_{j=1}^9 C_j^{Et} \cdot m_A^j \quad u(C^i) = \left(\sum_{j=1(j \neq i)}^9 u^2(C^j(i)) \right)^{1/2}$$

Валидация метода. Экспериментальные условия

Апробация метода была выполнена при проведении регламентных испытаний образцов концентрата головных и промежуточных продуктов (КГПП) спиртового производства Поречского спиртзавода (Беларусь).

Измерения плотности проводили с помощью стеклянных ареометров АСП-1 (спиртометров) в соответствии с ГОСТ 3639-79. Определение компонентного состава выполняли на газовом хроматографе Хроматэк-Кристалл 5000, оснащенный пламенно-ионизационным детектором.

Величины абсолютных и относительных (относительно этанола) коэффициентов чувствительности RF_i и RRF_i соответственно рассчитывали на основании измеренных хроматографических данных стандартной смеси с известным содержанием исследуемых компонентов.

Стандартная смесь для градуировки была приготовлена на основе серийно выпускаемой исходной смеси веществ (ИСВ) производства ВНИИ ПБТ.

Вначале смесь ИСВ была разбавлена в отношении 1:9 чистым этанолом, затем полученный раствор был разбавлен водой в отношении 1:9.

Концентрации исследуемых компонентов, выраженные в мг/л и в мг/л безводного спирта, а также рассчитанные коэффициенты чувствительности представлены в Таблице 1.

Таблица 1. Характеристики СО и полученные коэффициенты отклика

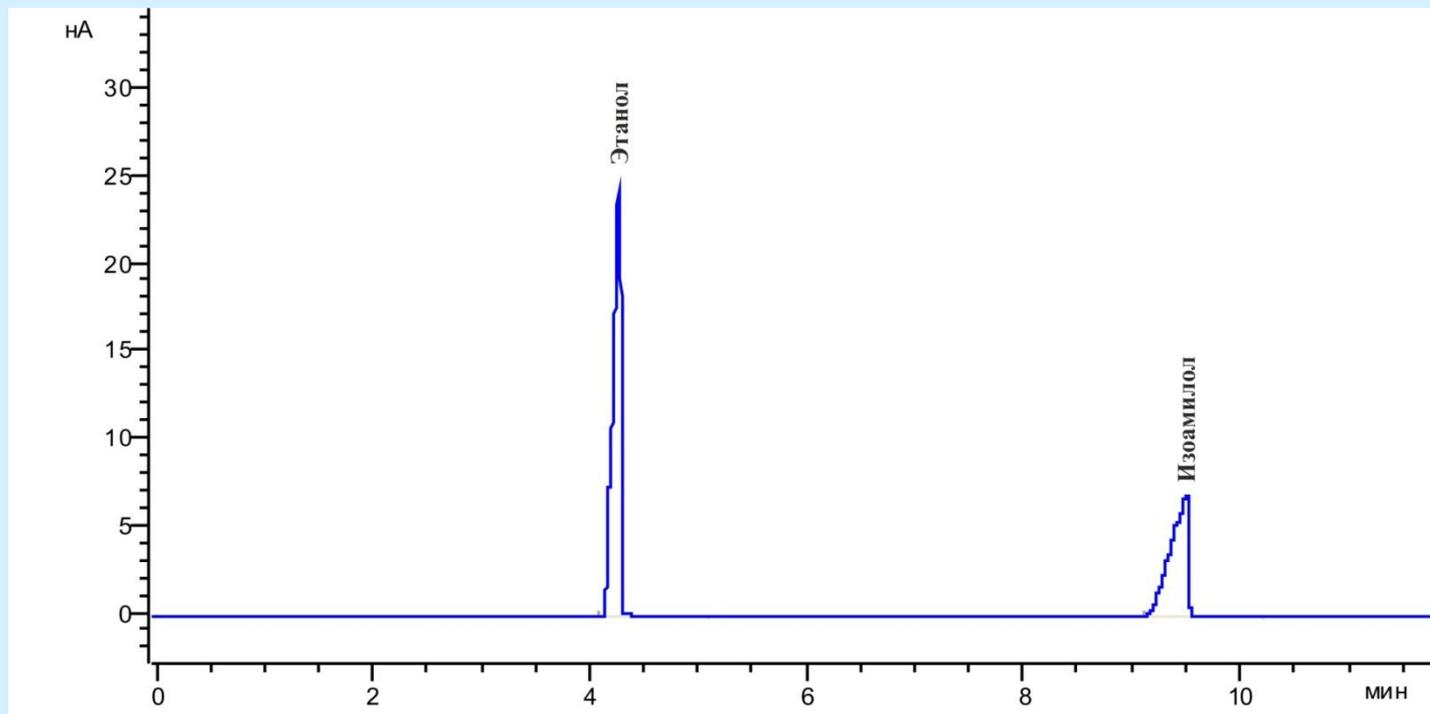
Компонент	Плотность, мг/л	Конц-ция, мг/л (АА)	Конц-ция, мг/л	Величина сигнала, пА·мин	RF_i	$RRF,$ (RF_i/RF_{Eth})
ацетальдегид	788000	1014	90,44	6,39	14,148	1,924
ацетон	789900	1027	91,60	10,58	8,658	1,178
этилацетат	902000	3511	313,1	37,40	8,374	1,139
2-бутанон	805000	1053	93,92	13,28	7,072	0,962
метанол	792800	6185	551,6	44,38	12,430	1,691
2-пропанол	785000	1027	91,6	10,80	8,479	1,153
этанол	789300	789300	70397	9576	7,352	1,000
1-пропанол	804000	1040	92,76	13,27	6,989	0,951
этилпропионат	890000	1287	114,8	12,17	9,432	1,283
диацетил	980000	1274	113,6	2,85	39,922	5,430
изобутилацетат	870000	1131	100,9	14,50	6,955	0,946
изоамилацетат	876000	1131	100,9	14,93	6,755	0,919
изобутанол	802000	1040	92,76	15,88	5,841	0,795
1-бутанол	810000	1053	93,93	14,95	6,282	0,855
изоамилол	814000	1053	93,92	16,00	5,871	0,799

Результаты проверки работоспособности метода на бинарных водно-этанольных смесях

Показатель	Объемное содержание этанола, %										
	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0	60,0	70,0	80,0	90,0	95,5	
По ГОСТ 3639-79	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0	60,0	70,0	80,0	90,0	95,5	
По новому методу	9,97	19,97	29,96	39,99	49,99	59,99	69,99	79,99	89,95	95,49	
Отклонение	-0,03	-0,03	-0,04	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,01	-0,05	-0,01

Во всем диапазоне концентраций отклонение от приписанного значения не превысило величины в **0,05%** объемных.

Результаты проверки работоспособности метода на аттестованной смеси вода:этанол:изоамилол 20:60:20



Хроматограмма исследуемой модельной смеси воды, этанола и изоамилола в объемном соотношении 20:60:20.

Экспериментально измеренное с помощью ареометра АСП-1 по ГОСТ 3639-79 объемное содержание этанола в данной смеси составило **80,2%**. Тогда как объемная концентрация этанола, рассчитанная на основе измеренной величины плотности смеси по ГОСТ 3639-79 и измеренных хроматографических данных компонентного состава равна **59,3%**.

Прототип правильных СО



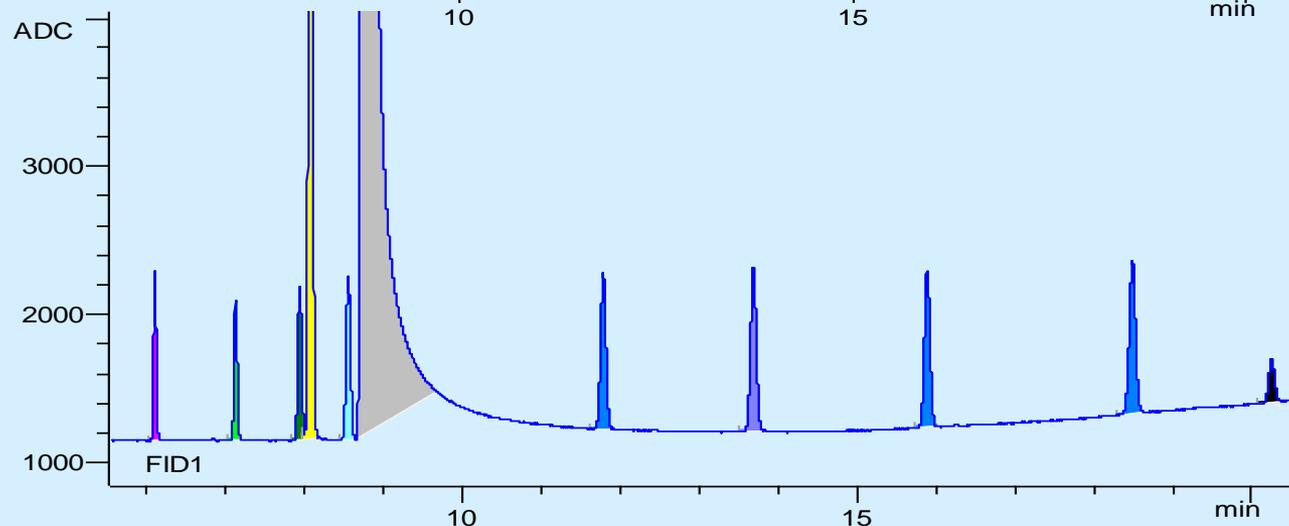
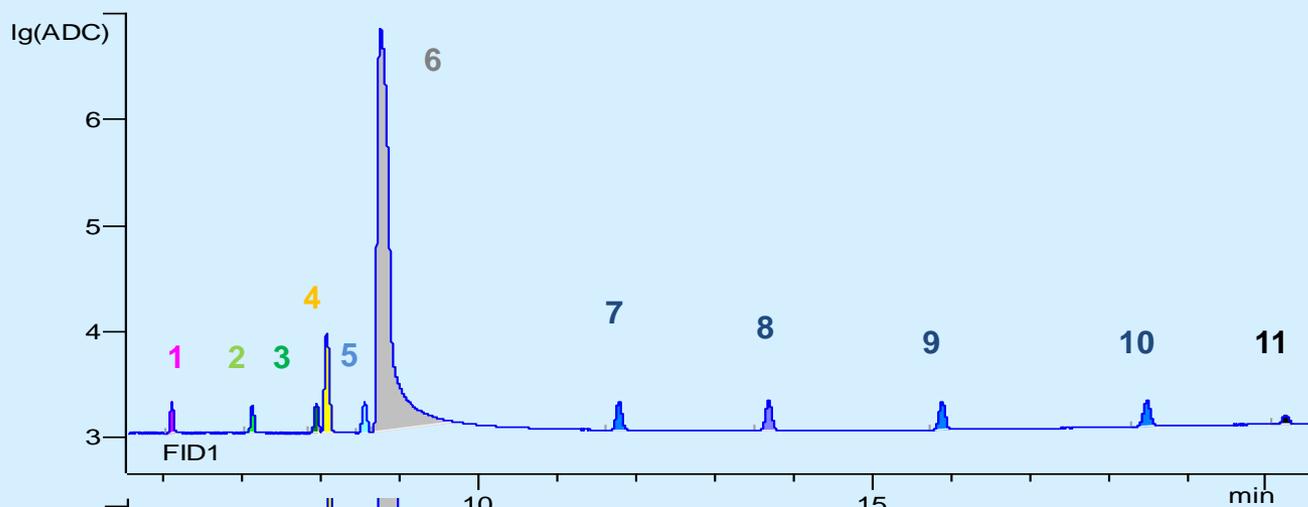
Прототип стандартных образцов (CRM) компонентного состава летучих токсичных микропримесей алкогольной и спиртосодержащей продукции. Традиционные 2 мл виалы с септой под кримпер для непосредственного использования в автосэмлерах.

Характеристики прототипа СО

Таблица 2. Концентрации компонентов в **mg/L (AA)**. 1-пентанол добавлен в качестве традиционного внутреннего стандарта **IS**.

Компонент	Концентрация, mg/L (AA)							Неопределенность , % (P=0,95)
	VC-1	VC-2	VC-3	VC-4	VC-5	VC-6	VC-7	
ацетальдегид	4275	1096	111	56,2	11,2	2,22	1,13	± 3 %
метилацетат	4397	1128	114	57,8	11,5	2,29	1,17	± 3 %
этилацетат	4173	1070	108	54,9	10,9	2,17	1,11	± 3 %
метанол	41995	10774	1092	555,5	113,3	24,96	14,3	± 3 %
2-пропанол	3991	1025	105	54,1	12,1	3,69	2,70	± 3 %
1-пропанол	4012	1029	104	52,8	10,5	2,08	1,06	± 3 %
изобутанол	3975	1020	103	52,3	10,4	2,06	1,05	± 3 %
н-бутанол	4071	1044	106	53,5	10,7	2,11	1,08	± 3 %
изоамилол	4071	1044	106	53,5	10,7	2,11	1,08	± 3 %
1-пентанол (IS)	27,1	27,1	27,1	27,1	27,1	27,13	27,13	± 3 %

Хроматограммы прототипа СО



- 1 - acetaldehyde
- 2 - methyl acetate
- 3 - ethyl acetate
- 4 - methanol
- 5 - 2-propanol
- 6 - ethanol
- 7 - 1-propanol
- 8 - isobutyl alcohol
- 9 - n-butanol
- 10 - isoamyl alcohol
- 11 - 1-pentanol (IS)

Характерная хроматограмма СО токсичных микропримесей в водно-этанольной смеси (60%:40 %).

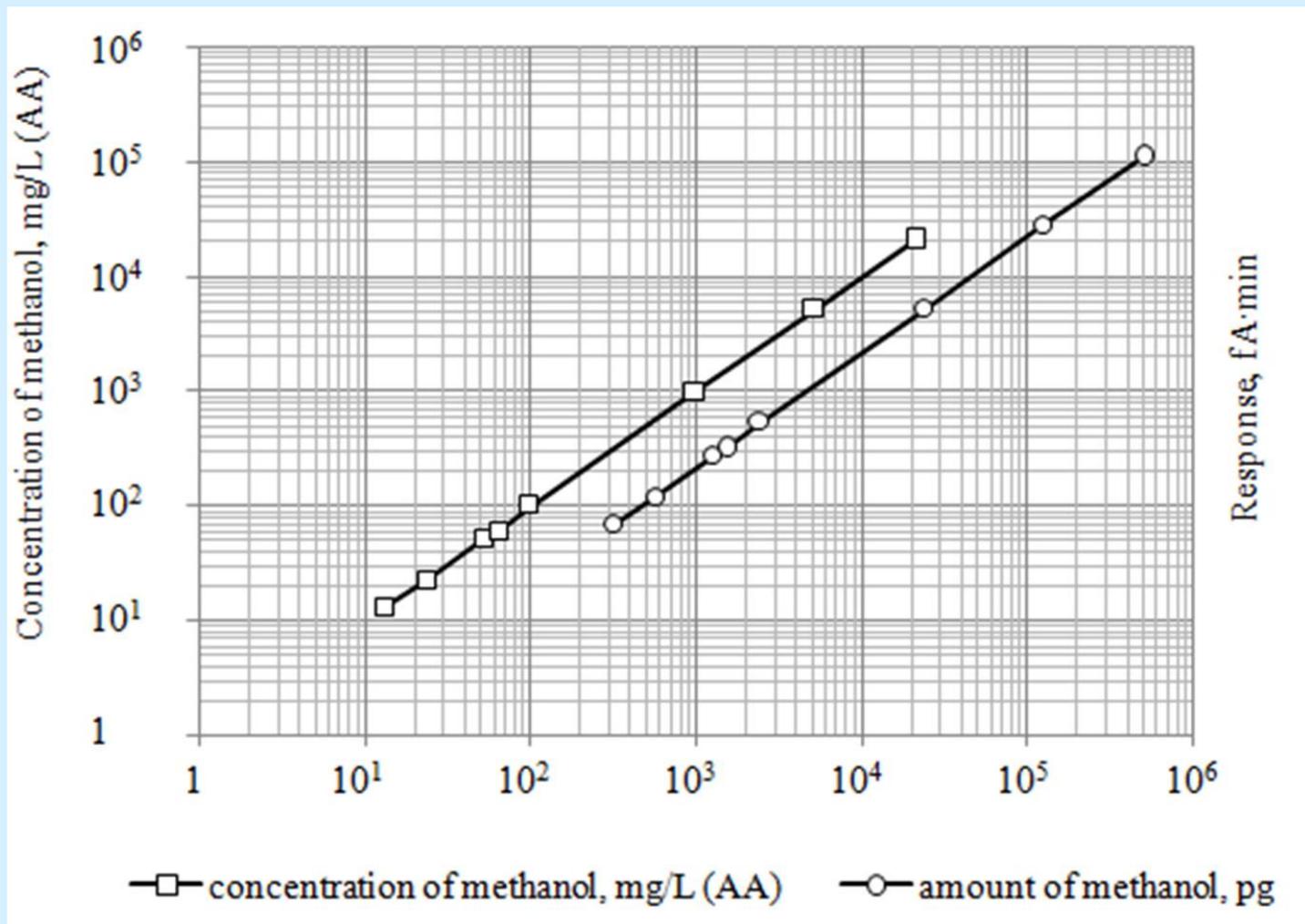
Коэффициенты отклика измеренные по СО

Таблица 3. Аналитические характеристики полученных коэффициентов отклика RF и RRF для трех видов градуировки.

Компонент	1-pentanol as IS		ES		Ethanol as IS		LOD* (mg/L)
	RRF	Correlation coefficient, R ²	RF (mg/L)/ (pA*min)	Correlation coefficient, R ²	RRF	Correlation coefficient, R ²	
ацетальдегид	2,396	0,9997	266,1	0,9997	1,710	0,9997	0,344
метилацетат	2,491	0,9997	276,7	0,9996	1,779	0,9999	0,683
этилацетат	1,757	0,9997	195,1	0,9997	1,254	0,9999	0,322
метанол	2,133	0,9998	236,9	0,9997	1,523	0,9999	0,231
2-пропанол	1,400	0,9998	155,5	0,9997	0,999	0,9999	0,119
этанол	1,413	N/A	155,5	N/A	1	N/A	N/A
1-пропанол	1,179	0,9997	130,9	0,9996	0,841	0,9999	0,222
изобутанол	1,018	0,9998	113,0	0,9997	0,727	0,9999	0,178
н-бутанол	1,117	0,9999	124,1	0,9998	0,798	0,9999	0,189
изоамиллол	1,030	0,9999	114,4	0,9998	0,735	0,9999	0,179
1-пентанол	1	N/A	110,1	N/A	0,708	N/A	0,271

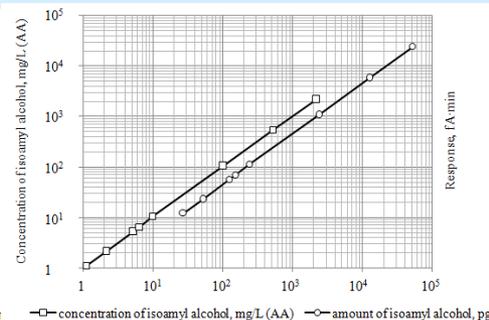
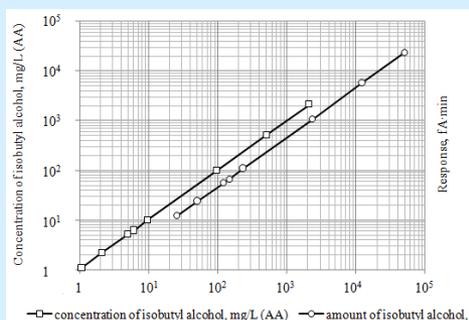
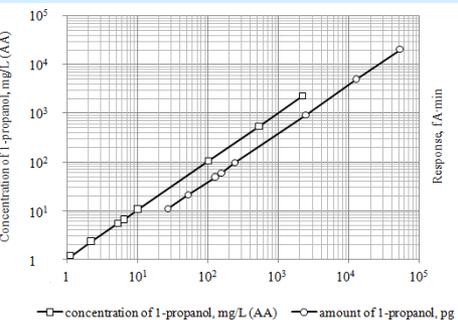
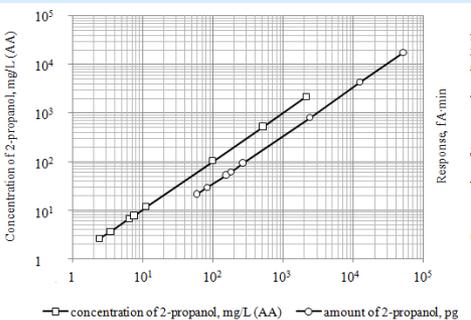
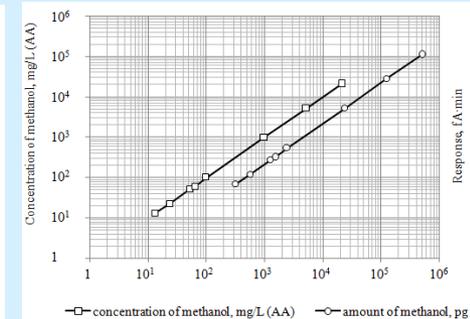
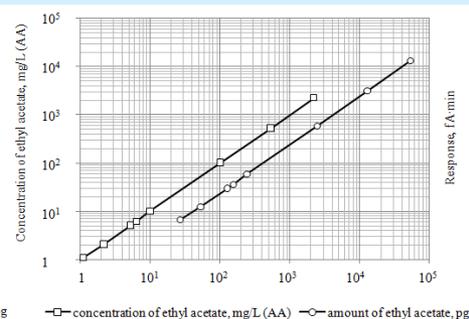
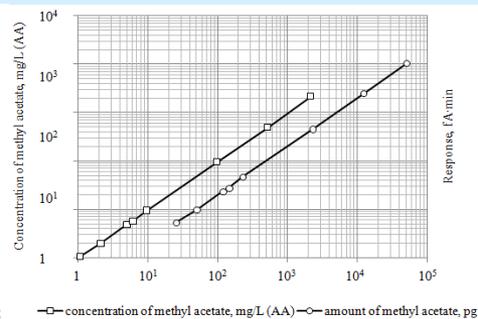
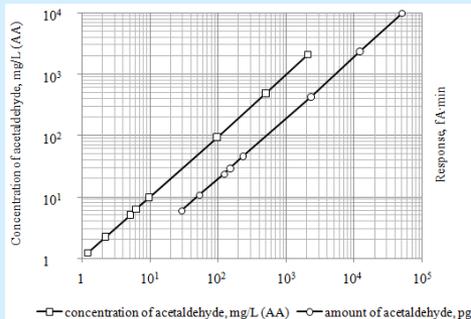
* Limit of detection (LOD)

Линейность в широком диапазоне



Аналитические характеристики отклика детектора для **метанола**.

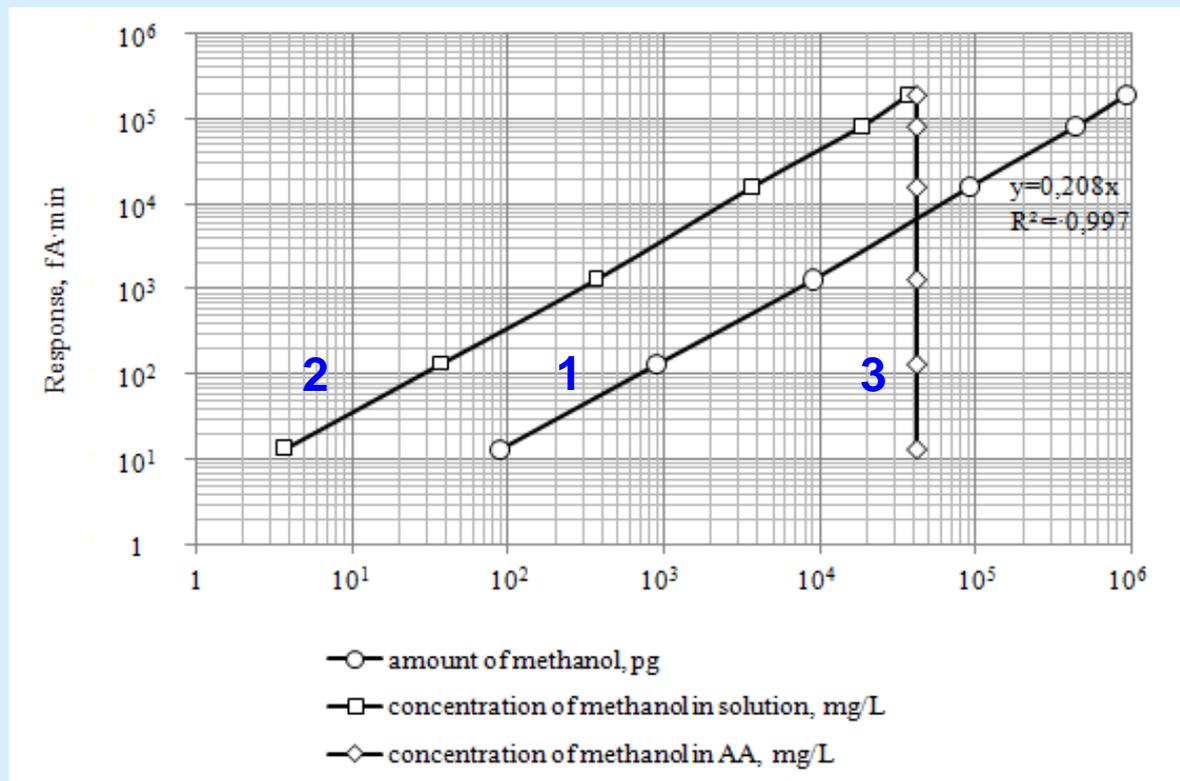
Линейность для всех остальных 8 компонентов



Аналитические характеристики отклика детектора для всех остальных 8 компонентов.

Стабильность относительно изменения крепости

Стандартный образец водно-этанольного раствора (4:96) исследуемых токсичных микропримесей последовательно разбавляли водой в соотношениях: 1:1, 1:9, 1:99, 1:999, and 1:9999.



Графики 1, 2 и 3 представляют отклик детектора в зависимости от количества попавшего в него анализа (мг), относительно объемной концентрации анализа (мг/л) и концентрации относительно этанола **мг/л (AA)**. Даже при разбавлении образца водой в 10000 раз измеренная концентрация метанола отличается всего на 7,7% от приписанного значения в СО.

Аттестация метода измерений в Росстандарте

001340


ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации методики (метода) измерений
№ 253.0169/01.00258/2013

Методика измерений массовой концентрации летучих компонентов в водке и спирте
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
этиловом методом газовой хроматографии
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для измерений массовой концентрации летучих компонентов в водке и
область использования
спирте этиловом методом газовой хроматографии в лаборатории аналитических
исследований НИИ ЯП БГУ.

разработанная Научно-исследовательским учреждением "Институт ядерных проблем"
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
Белорусского Государственного Университета (НИИ ЯП БГУ).

220030 Беларусь, г. Минск, ул. Бобруйская, д. 11

и содержащаяся в документе "Определение летучих компонентов в водке и спирте
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
этиловом методом газовой хроматографии. Методика измерений"

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений"
и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики измерений и экспериментальных исследований

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 л.

Зам. директора по качеству		Ю.С. Бессонов
Зав. лабораторией		Е.В. Осинцева
Дата выдачи		12.07.2013
Рекомендуемый срок пересмотра методики измерений:		12.07.2018

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: unim@unim.ru



Важно:

На сегодняшний день все производственные и испытательные лаборатории спирт- и ликероводочных заводов, ЦГЭиОЗ, ЦСМС имеют возможность проводить анализы по прямому определению количественного содержания летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции.

Дорожная карта. Присутствие в Интернете

NAS UniChrom™ - ["Ethanol_as_ISTD_for_KGPP_from_PDP_rus.uwb" - (1) Анализ исходных компонентов ГСО от 01-2012 ГСП-2 с 1-пентанолом 1/2 - control]

Файл Правка Вид Инструменты Окна Помощь

Градировка

Градировочная	носители	Градировка	централ	LOG	формуле	a	b	c	d	СКО	ОСКО, %	R ²
1	ацетальдегид	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	1,7759	0	2,597E-006	0,41348	0,99998
2	ацетон	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,87397	0	1,9388E-005	3,0476	0,999
3	этилформиат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	1,357	0	2,9815E-005	4,0245	0,99827
4	этилацетат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,83075	0	5,2995E-006	0,24374	0,99999
5	метанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	1,2143	0	1,0594E-005	0,27588	0,99999
6	2-бутанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,66919	0	4,634E-007	0,071047	1
7	2-пропанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,82286	0	9,3426E-007	0,14686	1
8	этанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	151,42	0	9312,5	1,1798	0
9	этилпропионат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,90991	0	4,9261E-006	0,6179	0,99996
10	диацетил	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	1,3286	0	3,7262E-006	0,47217	0,99998
11	изобутилацетат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,68658	0	1,3418E-006	0,19152	1
12	1-пропанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,66949	0	4,9643E-005	7,7056	0,99357
13	этилбутират	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,73737	0	5,2915E-005	7,4672	0,99396
14	2-метил-1-пропанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,5772	0	1,1554E-006	0,17934	1
15	изоамилацетат	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,6671	0	7,966E-007	0,1137	1
16	1-бутанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,62949	0	1,4695E-006	0,22529	0,99999
17	3-метил-1-бутанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,58672	0	9,6628E-007	0,14815	1
18	1-пентанол	этанол	(A) - Площадь	Объёмн:	$y = c \cdot x$	0	0	0,60759	0	1,2424E-006	3,7688	0

Слой Вкл A/Astd C/Cstd C/Cstd

1	94	<input checked="" type="checkbox"/>	7,5419E-006	1,4076E-005	
2	93	<input checked="" type="checkbox"/>	8,0359E-006	1,4076E-005	
3	98	<input checked="" type="checkbox"/>	7,9669E-005	0,00014114	
4	99	<input checked="" type="checkbox"/>	8,2389E-005	0,00014114	
5	104	<input checked="" type="checkbox"/>	0,00069827	0,0012421	
6	103	<input checked="" type="checkbox"/>	0,00070024	0,0012421	

$C/C_{std} ((A/A_{std})) = (1,7758754 \cdot (A/A_{std})) \pm 2,597$
 $R^2 = 0,999981472$

Пики

№	Название	t _{мин}	A _п , мин	H _п , а	T...	С, мг/л	Масс %	Цвет	Мол %	Титр г/л	Моля
1	ацетальдегид	6,109	0,42172	11,62200	<input type="checkbox"/>	111,67149	111,40000		601,90000	0,00000	0,0
2	ацетон	7,037	0,84594	19,60592	<input type="checkbox"/>	110,23980	112,80000		609,60000	0,00000	0,0
3	этилформиат	7,084	0,60853	14,61315	<input type="checkbox"/>	123,13004	131,40000		710,00000	0,00000	0,0
4	этилацетат	7,937	3,07083	49,25100	<input type="checkbox"/>	380,38720	385,60000		2083,60000	0,00000	0,0
5	метанол	8,073	3,80621	72,61285	<input type="checkbox"/>	689,12456	679,30000		3671,20000	0,00000	0,0
6	2-бутанол	8,321	1,15494	20,17366	<input type="checkbox"/>	115,24040	115,70000		625,40000	0,00000	0,0
7	2-пропанол	8,549	0,92032	14,74393	<input type="checkbox"/>	112,91815	112,80000		610,00000	0,00000	0,0
8	этанол	8,748	293,48009	6038,92786	<input type="checkbox"/>	9300,00000	9300,00000		9300,00000	0,00000	0,0
9	этилпропионат	9,458	1,00292	14,65266	<input type="checkbox"/>	136,07072	141,40000		764,30000	0,00000	0,0
10	диацетил	10,033	0,69222	8,39744	<input type="checkbox"/>	137,13573	140,00000		756,60000	0,00000	0,0
11	изобутилацетат	11,031	1,21369	14,56614	<input type="checkbox"/>	124,25033	124,20000		671,70000	0,00000	0,0
12	1-пропанол	11,780	1,16634	17,34700	<input type="checkbox"/>	116,43160	114,30000		617,70000	0,00000	0,0

Сигналы Слои GX инструмент Свойства Хроматограмма Калькулятор

Канал 1

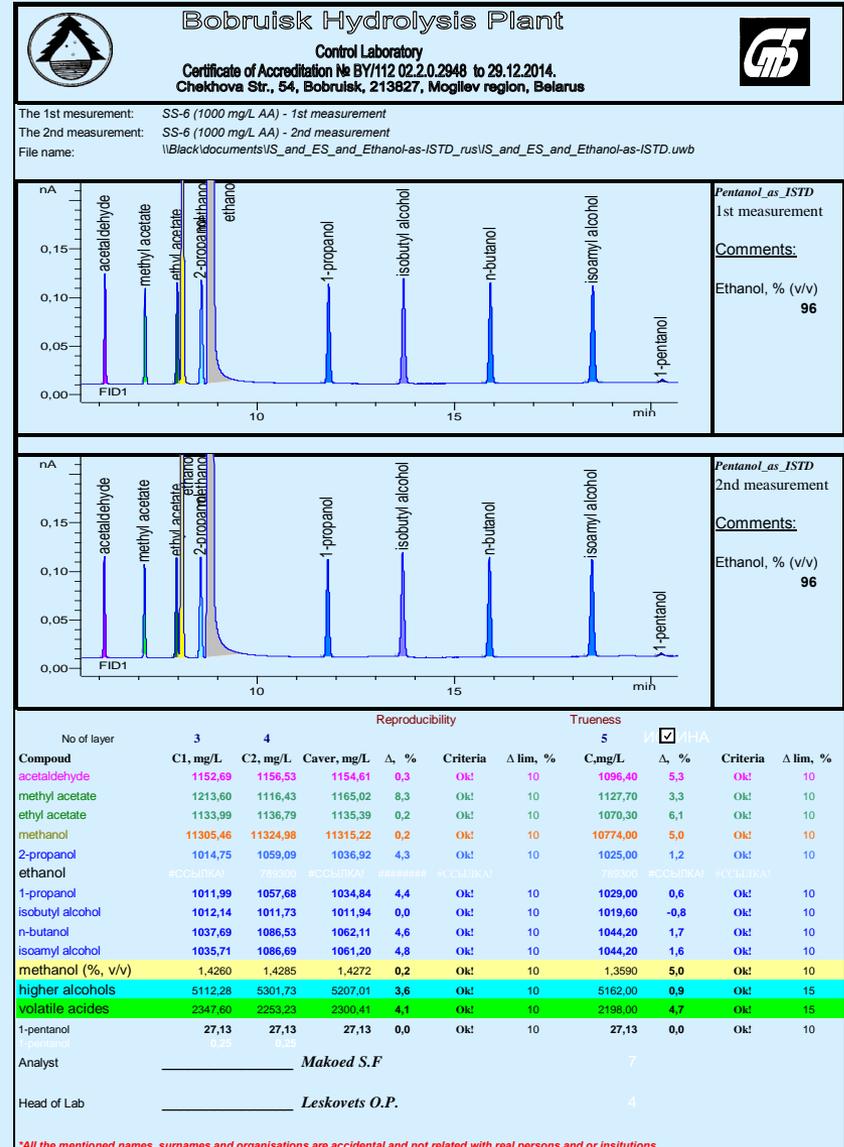
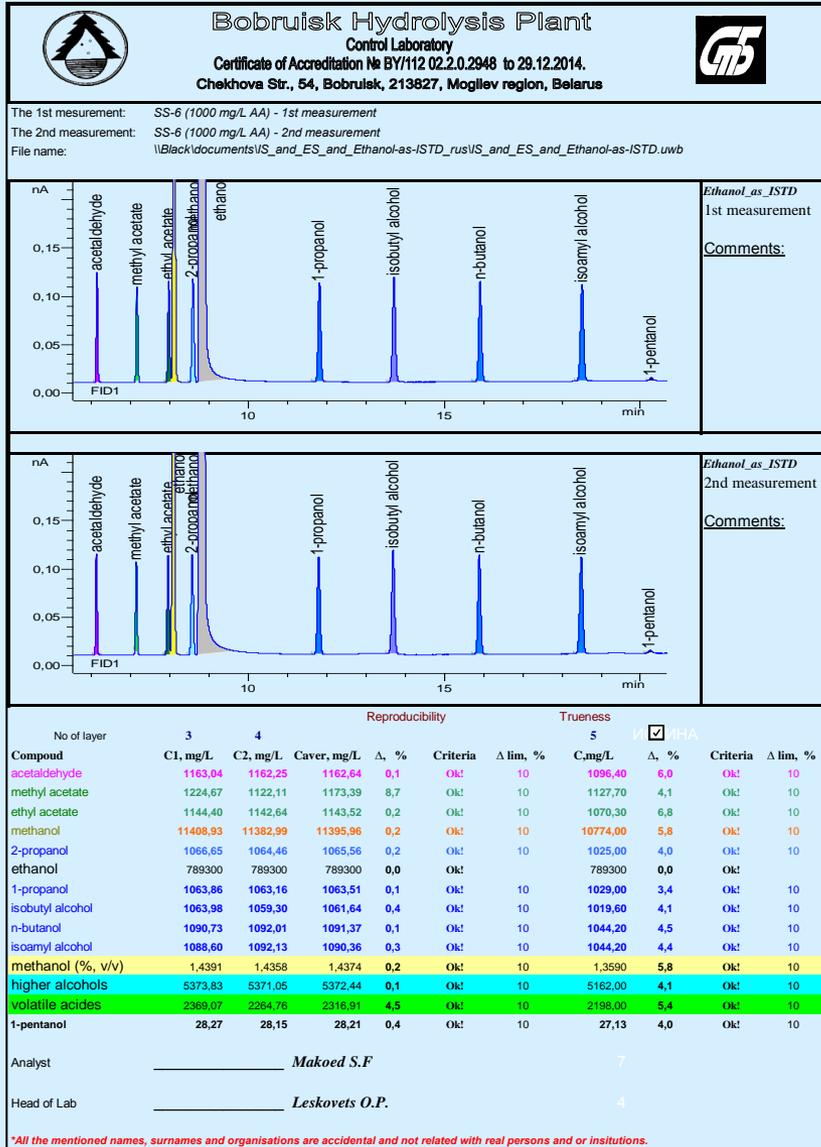
Л.м. Время	Л.м. Сигнал	П.м. Время	П.м. Сигнал	Фрам. dX
5,95	0,0136	20,80	0,0164	14,846 7

Слой Вкл Виден Цвет Стиль Толщина Изменён Оператор Защита Сценарий Образец Режим Название

100	1	ПИД1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	—	0	18:48:34 02.05.2012	Nick	<input type="checkbox"/>	ГСП-2 с 1-пентанолом 1/2 - control
101	1	ПИД1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	—	0	19:18:04 02.05.2012	Nick	<input type="checkbox"/>	ГСП-2 с 1-пентанолом 2/2 - control

SergC

Дорожная карта. Готовые решения в едином стиле



Генерация итогового отчета на основе двух методов: традиционного '1-pentanol-as-IS' и нового метода 'ethanol-as-IS'.

Список публикаций по данной теме. I

1. Журнал аналитической химии, № 4, Т.58, 2003, С.416-420.
2. Abstracts of Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy, March 9-14, Orlando, Florida, №1480P, P.526-527, 2003.
3. Заводская лаборатория, №2, Т.69, 2003, С.22-25.
4. Методы оценки соответствия, 2009, №3, С. 36-40.
5. Сборник докладов международной научно-практической конференции «Метрология-2009», г.Минск, , 14-15 июня 2009г., С. 208-212.
6. Метрология и приборостроение, 2010, № 1, С.49-52
7. Сборник тезисов республиканской научной конференции по аналитической химии с международным участием «Аналитика РБ – 2010», г.Минск, 14-15 мая 2010г., С.64.
8. Метрология и приборостроение, 2011, № 1, С.14-21.
9. The 4th International Conference on Metrology. Measurement and testing in the service of Society), May 23-24, 2011, Jerusalem, Israel.
10. Труды международной научно-практической конференции «Вино в III-ем тысячелетии – актуальные проблемы контроля качества», г. Кишинев, 24-26 ноября 2011г., С.8-11.
11. Доклады НАН Беларуси, Т. 56, № 1, 2012, С.65-70.
12. Пищевая промышленность: наука и технологии, №2(16), 2012, С.86-94.

Список публикаций по данной теме. II

13. Производство спирта и ликероводочных изделий, 2012, №3, С.20-23
14. Методы оценки соответствия. 2013, №2, С.24-29.
15. Деп. в ГУ «БелИСА» 31.01.2013, № Д20133, 230 с., 357 илл., 40 таб.
16. **Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2013, V.61(12), P. 2950-2956.**
17. Book of Abstracts, In Vino Analitica Scientia Symposium 2013, University of Reims, Faculty of Sciences, July 2-5, 2013, P. 79-80.
18. **Государственный реестр методов измерений Российской Федерации, Свидетельство об аттестации методики измерений № 253.0169/01.00258/2013, 2013.**
19. Proceedings of the 1st International scientific conference “Reference materials in measurement and technology”, Part II, Ekaterinburg, 10-14 September, 2013, P.90-94.
20. Известия вузов. Пищевая технология. 2013, №4, С104-107.
21. Материалы XII Международной научно-практической конференции «Инновационные технологии в пищевой промышленности», 2-3 октября 2013, Минск, Беларусь, С.306-309.

Заключение

Анализ выполненных экспериментальных исследований указывает на возможность и необходимость разработки:

- 1) Нового международного стандарта по определению количественного содержания летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции (для OIV),
- 2) Нового методического подхода в производстве стандартных образцов компонентного состава летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции (CRM).

Как ввести новый метод **'ethanol-as-IS'** в рутинную ежедневную практику контрольных и испытательных лабораторий ?

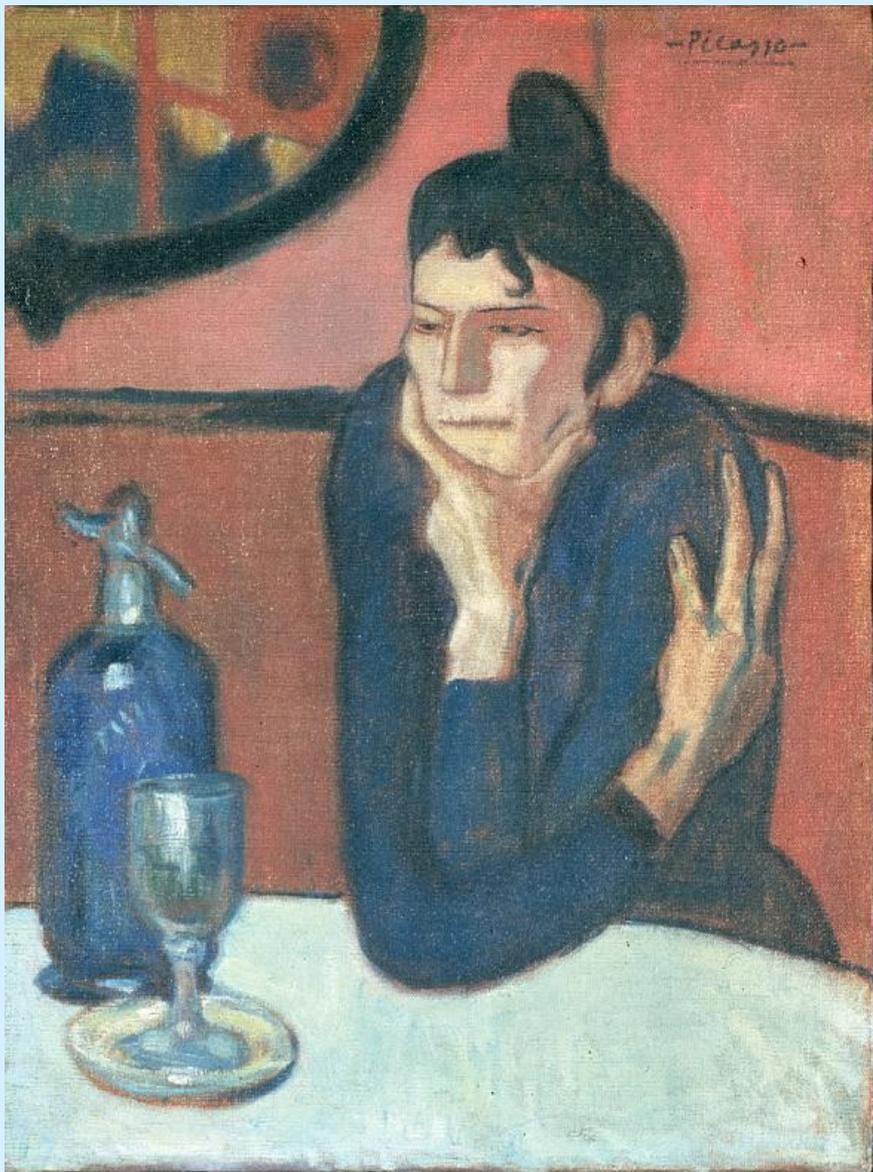
Имеется только один рабочий путь: предлагать потребителям более легкий, более эффективный и более дешевый, а тем самым, более конкурентоспособный алгоритм работы лаборатории.

Тысячи контрольных лабораторий по контролю качества и безопасности алкогольной продукции по всему миру день и ночь выполняют газохроматографический анализ компонентного состава летучих соединений в алкогольных и спиртосодержащих продуктах.

Они могут при выполнении штатных испытаний алкогольной и спиртосодержащей продукции провести валидацию нового метода непосредственно в своей лаборатории.

Никаких дополнительных материальных, финансовых или временных затрат для этого не требуется.

Спасибо за внимание !



Я думаю ...

*... **этанол** должен быть
внутренним стандартом !*