

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭТАНОЛА В КАЧЕСТВЕ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА ПРИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ КОЛИЧЕСТВЕННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ ТОКСИЧНЫХ МИКРОПРИМЕСЕЙ В ВОДКЕ И СПИРТЕ ЭТИЛОВОМ. ОТ ИДЕИ ДО ВНЕДРЕНИЯ В ПОВСЕДНЕВНУЮ ПРАКТИКУ

С. В. Черепица, С. М. Бычков, А. Н. Коваленко, А. Л. Мазаник,
Н. М. Селемина*, О. Б. Серединская**

Правила приемки при изготовлении водки и спирта этилового регламентируют предельное содержание токсичных микропримесей. В соответствии с ГОСТ 5363-93 [1], ГОСТ 5964-93 [2] и ГОСТ Р 51652-2000 [3] нормируется содержание следующих микропримесей: альдегид уксусный (ацетальдегид), этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат), метиловый эфир уксусной кислоты (метилацетат), спирт метиловый (метанол), спирт изопропиловый (2-пропанол), спирт пропиловый (1-пропанол), спирт изобутиловый (2-метил-1-пропанол), спирт бутиловый (1-бутанол), спирт изоамиловый (3-метил-1-бутанол). Аналогичные правила приемки на предельное содержание летучих токсичных микропримесей в алкогольных напитках (spirits drinks) содержатся в нормативных документах ЕС [4].

Правила приемки как в ГОСТ, так и в нормативных документах ЕС, регламентируют предельное содержание в объемных процентах для метанола и в миллиграммах для всех остальных перечисленных выше токсичных микропримесей в пересчете на безводный спирт (absolute alcohol).

Для количественного определения содержания токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом был разработан газохроматографический экспресс-метод по ГОСТ Р 51698-2001 [5]. В соответствии с ГОСТ Р 51698-2001 газохроматографическое определение содержания токсичных микропримесей выполняется по абсолютной градуировке. Метод абсолютной градуировки обладает рядом недостатков.

Во-первых, необходимо приготавливать и в дальнейшем использовать несколько градуировочных смесей. Это влечет за собой приобретение химически особо чистых реактивов. ГОСТ Р 51698-2001 предусматривает приготовление градуировочных смесей этилового спирта с содержанием токсичных примесей на уровне единиц мг на литр безводного спирта методом последовательного разбавления первоначально приготовленных градуировочных смесей с большим, порядка 1000 мг на литр безводного спирта, содержанием исследуемых токсичных примесей. Но приобретение ректифицированного этилового спирта с содержанием токсичных примесей менее 1 мг на литр безводного спирта в количестве нескольких литров в месяц представляется весьма проблематичным. Как следствие, все контрольные лаборатории центров сертификации (Госстандарт), центров гигиены и общественного здоровья (Минздрав), спиртзаводы (Минсельхозпрод) вынуждены производить закупки ГСО градуировочных растворов водки и спирта этилового.

* РУП «Минск Кристалл», Беларусь.

** ОАО «Невинномысский Азот», Россия.

Во-вторых, сходимость, воспроизводимость и погрешность результатов измерений сильно зависят от нестабильности работы хроматографа, объема вводимой пробы, нестабильности химического состава ГСО при хранении после первоначального вскрытия ампул.

В-третьих, построение градуировочных таблиц требует значительных трудозатрат. В соответствии с ГОСТ Р 51698 для построения одной градуировочной таблицы на спирт этиловый или водку требуется практически одна рабочая смена, а градуировку необходимо проводить не реже одного раза в две недели.

В соответствии с нормативными документами ЕС [4] газохроматографическое определение содержания токсичных микропримесей в алкогольных напитках (spirits drinks) выполняется с применением метода внутреннего стандарта (ВС). В качестве добавки ВС предлагается использовать pentan-3-ol. Для определения количественного содержания примесей в пересчете на безводный спирт требуется еще провести измерения процентного содержания этилового спирта в испытуемой пробе [4].

Ранее в работах [6–10] была высказана идея о возможности использования основного компонента (растворителя) для количественного определения примесей. На предложенный Институтом ядерных проблем метод получен патент Республики Беларусь № 6801. Для применения нового метода в испытательных и контрольных лабораториях на производстве необходимо провести работу по его практической апробации по возможности максимально широким кругом исследователей в разных лабораториях при работе на разных приборах. Для решения поставленной задачи выбран газохроматографический анализ содержания токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом по ГОСТ Р 51698. Ниже в работе подробно описана процедура использования основного компонента этилового спирта в качестве внутреннего стандарта для определения количественного содержания токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом, представлены разработанные шаблоны обработки измеренных данных. Шаблоны позволяют работать исследователям с различными аналитическими приборами в едином стиле: задавать методические режимы работы прибора, обеспечивать построение абсолютной по ГОСТ Р 51698 и относительной градуировки (относительно этанола), создавать сценарии обработки измеренных хроматограмм, выполнять оперативный контроль качества измерений непосредственно в рабочей программе, в ней же создавать итоговые отчеты в соответствии с руководством по качеству испытательной лаборатории. Предложенные шаблоны позволяют осуществить принцип, когда результаты работы 1-го оператора за 1 смену хранятся в 1 файле. Эти файлы могут переноситься с одного прибора на другой простым копированием, как это делается, например, с документами в формате Microsoft Word. После этого исследователи могут беспрепятственно сравнивать и анализировать как непосредственно измеренные экспериментальные данные, так и результаты обработки, выполненные на разных аналитических приборах в разных лабораториях.

1. Использование этанола в качестве внутреннего стандарта

Хорошо известно, что повышение метрологических характеристик получаемых результатов можно достичь путем использования метода внутреннего стандарта (ВС). Традиционный подход использования ВС в данном случае про-

блематичен. *Во-первых*, необходимо быть заранее уверенным, что вещество, вводимое в качестве ВС, не присутствует изначально в анализируемой смеси. *Во-вторых*, регламентирующие документы предусматривают, чтобы количество вводимой добавки ВС было по порядку величины сравнимо с содержанием искомым примесей. Но во многих случаях концентрации определяемых примесей составляют тысячные и менее доли процента. Например, ГОСТ 5363-93 на водку и ГОСТ 5964-93 на спирт этиловый регламентирует содержание альдегидов и высших спиртов (сивушные масла) на уровне нескольких миллиграмм на литр безводного спирта, а это составляет порядка десятитысячных процента. Проблематичность выполнения выше указанных требований вынудило разработчиков действующего ГОСТ Р 51698 отказаться от метода ВС и применить метод абсолютной градуировки.

Использование этанола в качестве внутреннего стандарта при хроматографическом количественном определении содержания токсичных микропримесей в водке и этиловом спирте позволяет существенно упростить всю процедуру выполнения измерений, так как отпадает необходимость приготовления градуировочных смесей и устраняется зависимость получаемых результатов относительно нестабильности работы хроматографа и объема вводимой пробы. Отпадает необходимость частых закупок образцов ГСО и проведение частых градуировок прибора.

Необходимо обратить внимание на тот факт, что использование этанола в качестве ВС естественным образом вытекает из требований нормативной документации на контроль качества алкогольной продукции. В правилах приемки на водку по ГОСТ 5363-93 и на спирт этиловый по ГОСТ 5964-93, а также в нормативных документах ЕС [4] содержание токсичных микропримесей нормируется непосредственно в пересчете на безводный спирт. Заметим, что так как вода не регистрируется пламенно-ионизационным детектором, то на измеренной хроматограмме испытуемого образца сразу представлено количественное содержание зарегистрированных микропримесей относительно этанола. Дополнительных измерений, связанных с необходимостью определения процентного объемного содержания этилового спирта в исследуемом образце, как того требует п. 4.5.2. ГОСТ Р 51698, в данном случае уже не требуется.

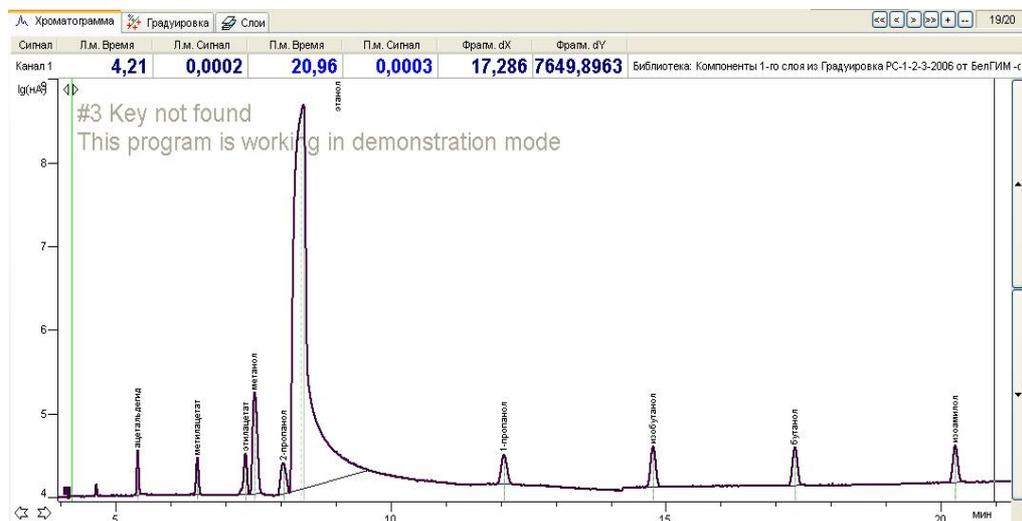
На рисунках 1, а и 1, б представлена экспериментально измеренная хроматограмма ГСО 8404-2003 стандартного образца состава раствора токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РС, образец РС-1). Метрологические характеристики измеренного образца представлены на рис. 2.

Здесь важно обратить внимание производителей стандартных образцов ГСО 8405-2003 и ГСО 8404-2003, что в паспорте указанных ГСО наряду с концентрацией токсичных микропримесей в единицах мг на 1 дм³ водно-спиртового раствора стоит также приводить значения концентраций токсичных микропримесей в единицах мг на 1 дм³ безводного спирта.

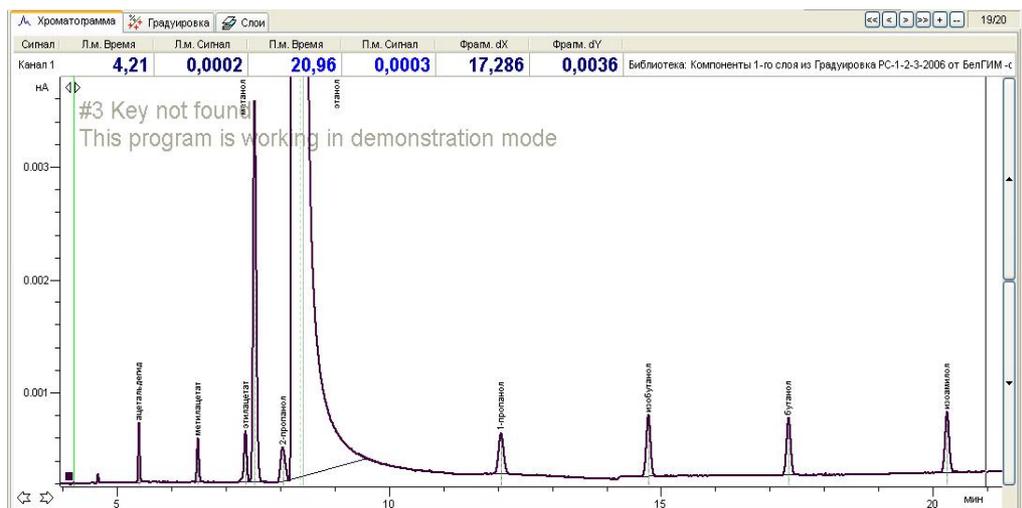
2. Градуировка прибора

Используемый в газовом хроматографе пламенно-ионизационный детектор (ПИД) имеет различающиеся коэффициенты чувствительности к разным компонентам исследуемых смесей. Градуировка хроматографа состоит в нахождении относительных коэффициентов чувствительности детектора к каждому из исследуемых компонентов токсичных микропримесей относительно компонента этилового спирта.

Градуировку хроматографа выполняют по аттестованным градуировочным смесям. В качестве градуировочных смесей можно использовать как ГСО состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС) или ГСО состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ), так и самостоятельно приготовленные весовым/объемным методом аттестованные смеси.



a



б

Рис. 1. Хроматограмма образца РС-1 из комплекта ГСО 8404-2003: *a* – для представления всех зарегистрированных пиков исследуемых токсичных микропримесей и пика этанола масштаб представления по вертикальной оси выбран логарифмическим, *б* – хроматограмма та же, но представлена в линейном масштабе



1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ГСО

НАИМЕНОВАНИЕ ГСО: стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ).

ВЫПУСКАЕТСЯ в соответствии с сертификатом об утверждении типа № 2755, действительным до 22 июля 2008г.

НАЗНАЧЕНИЕ ГСО: градуировка газовых хроматографов и фотоэлектроколориметров при определении содержания токсичных микропримесей в водке; поверка газовых хроматографов, контроль погрешности методик выполнения измерений содержания токсичных микропримесей в водке; аттестация методик выполнения измерений.

РАЗРАБОТЧИКИ ГСО: Государственное научное учреждение "Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии" (ГНУ "ВНИИПБТ"), Федеральное государственное унитарное предприятие "Уральский научно-исследовательский институт метрологии" (ФГУП "УНИИМ").

ИЗГОТОВИТЕЛЬ ГСО: ГНУ "ВНИИПБТ".

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГСО партии № 13

2.1 Аттестованные значения СО

Аттестованная характеристика СО	Обозначение единицы физической величины	РВ-1	РВ-2	РВ-3	Относительная погрешность аттестованного значения при P=0,95
Массовая концентрация уксусного альдегида (ацетальдегида)	мг/дм ³	8,58	4,28	1,15	± 5,0 %
Массовая концентрация метилового эфира уксусной кислоты (метилацетата)	мг/дм ³	9,06	4,53	0,91	± 5,0 %
Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата)	мг/дм ³	8,83	4,41	0,88	± 5,0 %
Объемная доля метилового спирта (метанола)	%	0,0102	0,0053	0,0014	± 5,0 %
Массовая концентрация изопропилового спирта (2-пропанола)	мг/дм ³	8,25	4,27	1,15	± 5,0 %
Массовая концентрация пропилового спирта (1-пропанола)	мг/дм ³	7,88	3,94	0,79	± 5,0 %
Массовая концентрация изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола)	мг/дм ³	7,86	3,93	0,79	± 5,0 %
Массовая концентрация бутилового спирта (1-бутанола)	мг/дм ³	7,94	3,97	0,79	± 5,0 %
Массовая концентрация изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола)	мг/дм ³	7,94	3,97	0,79	± 5,0 %

Срок годности экземпляра ГСО: 1 год. Экземпляр СО после вскрытия первоначальной упаковки хранят не более 6 месяцев.

3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ. Материал ГСО комплекта РВ представляет собой водно-спиртовую смесь объемной долей этилового спирта 40 %, приготовленную из спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652-2000 и дистиллированной воды с внесенными добавками токсичных микропримесей. Материал ГСО расфасован по (15,0 ± 0,5) см³ в пенциллиновые флаконы вместимостью 20 см³, закрытые полиэтиленовыми крышками, которые герметично покрыты слоем парафина.

4 ПОРЯДОК ПРИМЕНЕНИЯ. ГСО применяют в соответствии с ГОСТ Р 51698-2000, ГОСТ 5363-93, ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, МИ 2651-2001, МИ 2336-2002 и инструкцией по применению.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ. По степени воздействия на организм этиловый спирт относится к 4 классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76. Помещение, в котором проводят работы с ГСО, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75.

6 КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ: комплект ГСО, паспорт ГСО.

7 СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Дата выпуска ГСО партии № 13 01.09.2006

Контролер

Т.М. Шелехова Т.М. Шелехова

8 УСЛОВИЯ ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ. ГСО следует хранить в холодильнике при температуре от 4 °С до 10 °С. ГСО можно перевозить всеми видами транспорта. В качестве транспортной тары должны быть использованы коробки из картона или пенопласта. Упаковка с ГСО не должна подвергаться резким ударам, воздействию атмосферных осадков и агрессивных химических веществ.

9 ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА. Изготовитель гарантирует стабильность аттестованных значений в течение срока годности экземпляра ГСО при соблюдении условий хранения, транспортирования и порядка применения.

10 ПРИЛОЖЕНИЕ. Инструкция по применению ГСО.

Директор ГНУ "ВНИИПБТ"



В.А. Поляков

08.11.06

Рис. 2. Типовой паспорт ГСО 8405-2003 на стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ) от ГНУ «ВНИИПБТ», г. Москва. Курсивом представлены концентрации токсичных микропримесей в мг/дм³ в пересчете на безводный спирт в предположении, что объемная концентрация этанола в данных водно-спиртовых растворах составляет 40 %. Как того требуют приемочные ГОСТ 5363-93, ГОСТ 5964-93 и ГОСТ Р 51652-2000

Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения выполняют не менее двух раз. Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов.

Численные значения относительных коэффициентов отклика детектора K_i получаются из хроматографических данных ГСО (аттестованных смесей) с известными концентрациями этанола и исследуемых примесей:

$$K_i = \frac{S_{Et}^{cert} \cdot X_i^{cert}}{S_i^{cert} \cdot X_{Et}^{cert}}, \quad (1)$$

где S_i^{cert} и S_{Et}^{cert} – площади пиков i -го компонента и этанола соответственно, X_i^{cert} и X_{Et}^{cert} – концентрации i -го компонента и этанола соответственно.

Концентрация C_i [мг/л], в пересчете на безводный спирт, i -го компонента в пробе описывается следующим выражением:

$$C_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot C_{Et}}{S_{Et}}, \quad (2)$$

где S_i и S_{Et} – площади пиков i -го компонента и этанола соответственно, K_i – коэффициент относительного отклика детектора для i -го компонента, C_{Et} – концентрация этанола в мг/л, в пересчете на безводный спирт. При нормальных условиях $C_{Et} = 789300$ мг/л.

Полученные в результате проведенных экспериментальных исследований относительные коэффициенты чувствительности представлены в табл. 1. Испытания данного ГСО РВ были выполнены 18-06-2007 в лаборатории РУП «БелГИМ», 21-06-2007 в лаборатории РУП «Витебский ЛВЗ» и 29-05-2007 в лаборатории РУП «Брестский ЛВЗ». Необходимо обратить внимание на то, что имена операторов неизвестны, также неизвестны режимы работы хроматографов и объемы вводимой пробы в инжектор. Размерность коэффициента чувствительности абсолютного в данном случае имеет следующий вид [(mg/L)/(pA×min)].

Метанол и этанол обладают относительно близкими физико-химическими свойствами. И в то же время экспериментально измеренные ОСКО K_i для метанола заметно больше, чем, например, ОСКО K_i ацетальдегидов и эфиров, не говоря уже о ОСКО K_i для всех остальных определяемых высших спиртов.

Анализ полученных экспериментальных данных указывает на то, что испытанные образцы имели различный количественный состав, хотя паспорта были выписаны одинаковые. Для выяснения причины выявленных расхождений необходимо провести серию межлабораторных сличительных испытаний МСИ аттестованной смеси, но разлитой из одной емкости.

Таблица 1

**Результаты экспериментальных исследований по определению относительных коэффициентов чувствительности одной партии ГСО 8405-2003.
Дата выпуска партии 15 от 22-03-2007**

Компонент ГСО 8405- 2003	Коэффициенты чувствительности K_i и K_{abs}								ОСКО, %
	РУП «БелГИМ»		РУП «ВитЛВЗ»		РУП «БрестЛВЗ»		Средние значения		
	K_{abs}	K_i	K_{abs}	K_i	K_{abs}	K_i	$\langle K_{abs} \rangle$	$\langle K_i \rangle$	
Альдегид ук- сусный (аце- тальдегид)		1.628		1.734		1.730		1.698	3.6
Метилловый эфир уксусной кислоты (ме- тилацетат)		1.530		1.641		1.552		1.574	3.7
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат)		1.035		1.108		1.033		1.058	4.1
Спирт мети- ловый (мета- нол)		1.220		1.292		1.349		1.287	5.0
Спирт этило- вый (этанол)	703		761		773		746		5.0
Спирт изо- пропиловый (2-пропанол)		1.015		1.003		1.022		1.014	0.9
Спирт пропи- ловый (1-пропанол)		0.719		0.729		0.737		0.728	1.2
Спирт изобу- тиловый (2-метил-1- пропанол)		0.542		0.540		0.533		0.538	0.9
Спирт бутило- вый (1-бутанол)		0.604		0.599		0.613		0.605	1.2
Спирт изоами- ловый (3-метил- 1-бутанол)		0.578		0.574		0.591		0.581	1.6

3. Анализ образца

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10, 5 или 1 мм³ вводят 1 мм³ образца водки или спирта и выполняют хроматографическое разделение смеси. Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси. Образец анализируют два

раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ИСО5725-1. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации i -го вещества, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по формуле

$$\frac{2|C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \leq r_i, \quad (3)$$

где C_{i1}, C_{i2} – результаты параллельных определений массовой концентрации i -го вещества в анализируемой пробе, мг/дм³, 100 – множитель для пересчета в процентах; r_i – предел повторяемости для i -го вещества.

Если условие приемлемости по формуле (3) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений.

Для перевода концентрации метилового спирта в единицы объемных процентов на литр безводного этилового спирта необходимо полученное значение концентрации метилового спирта, выраженное в мг/дм³, разделить на величину объемной плотности метилового спирта в соответствии со следующим выражением:

$$X_{Me} [\%] = C_{Me} [\text{мг/дм}^3] / \rho_{Me} [\text{мг/дм}^3] * 100 \%, \quad (4)$$

где величина объемной плотности метилового спирта ρ_{Me} равна 792800 мг/дм³.

Примеры представления выполненных измерений представлены на рис. 3, 4. В закладке **Калькулятор** ПО UniChrom в столбце **Е** отображаются полученные значения сходимости по двум измерениям в столбцах **В** и **С**. В столбце **Ф** отображается значение критерия полученной сходимости. В столбцах **Ж**, **К** и **Л** представлены результаты контроля погрешности выполненных измерений. Для малых концентраций исследуемых примесей спиртовых растворов РС-3 довольно часто имеют место неудовлетворительные критерии сходимости и погрешности измерений исследуемых примесей спиртовых растворов РС-3 довольно часто имеют место неудовлетворительные критерии сходимости и погрешности измерений.

4. Заключение

Предложенный метод может быть использован в контрольных лабораториях любых производителей, поставщиков и потребителей алкогольной продукции, в центрах стандартизации и метрологии, центрах гигиены, санитарии и общественного здоровья, в экспертно-криминалистических лабораториях по исследованию алкогольной продукции.

Важно отметить, что предложенный методический подход может быть использован в многочисленных газохроматографических анализах по определению количественного содержания микропримесей в основном веществе. Например, входной и выходной контроль количественного содержания примесей в метаноле, бутаноле, пропаноле, амилале, гексане, гептане, декане, бензоле [11, 12], толуоле [13], ксилоле [14–17], акрилонитриле [18], винилацетате и т. д. Целое семейство стандартов на определение примесей в органических соединениях.

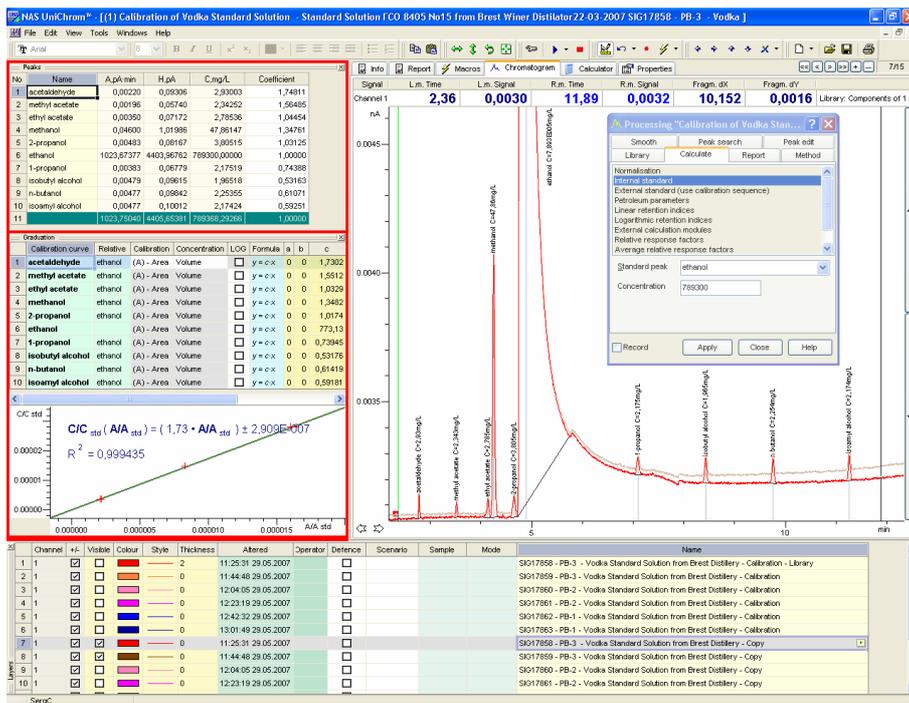


Рис. 3. Пример расчета массовых концентраций токсичных микропримесей в водке с использованием основного компонента (этанола) в качестве внутреннего стандарта

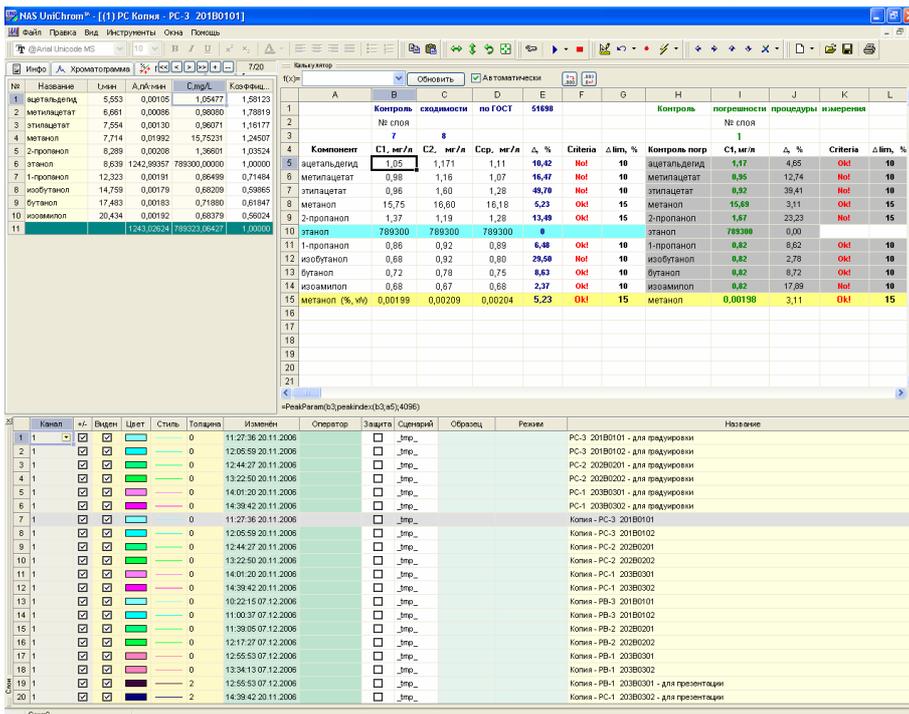


Рис. 4. Пример представления метрологических характеристик выполненных измерений

В связи с разработкой и внедрением широкодиапазонного детектора по теплопроводности (катарометр) появляется возможность реализовать газохроматографические измерения по определению количественного компонентного состава природного горючего газа не по абсолютной градуировке, как того требуют действующие ГОСТ 23781 [19] и ISO 6974 [20], а использовать основной компонент метан в качестве внутреннего стандарта.

Литература

1. ГОСТ 5363-93 Водка. Правила приемки и методы анализа.
2. ГОСТ 5964-93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа.
3. ГОСТ Р 51652-2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.
4. Commission Regulation EC 2870-2000. Determination of Volatile Substances and Methanol of Spirit Drinks. No 1576/89.
5. ГОСТ Р 51698-2001 Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей.
6. Charapitsa S. V., Bychkov S. M. и др. // Abstracts of Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy. 2003. № 1480P. P. 526.
7. Черепица С. В., Бычков С. М. и др. // Журнал аналитической химии. 2003. Т. 58, № 4. С. 416.
8. Черепица С. В., Бычков С. М. и др. // Партнеры и конкуренты. 2004. № 8. С. 35.
9. Черепица С. В., Бычков С. М. и др. // Партнеры и конкуренты. 2006. № 2. С. 23.
10. Бычков С. М., Коваленко А. Н. и др. // Тезисы докладов XVIII Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. Москва. 2007 г. С. 98.
11. ГОСТ 2706.2-95 Углеводороды ароматического ряда. Хроматографический метод определения основного вещества и примесей в бензоле, толуоле и ксилоле.
12. ASTM D 4492-03 Standard Test Method for Analysis of Benzene by Gas Chromatography.
13. ISO 5279-1980 Toluene for industrial use. Determination of impurities. Gaschromatographic method.
14. UOP 543-97 Trace Non-Aromatic Hydrocarbons in High-Purity Aromatics by Gas Chromatography.
15. UOP 720-93 Impurities in high purity p-xylene by GC.
16. UOP 798-96 Trace p-DEB or indan in C8 aromatics and trace C8 aromatics in p-DEB by GC.
17. ASTM D 3798-03 Standard Test Method for Analysis of p-Xylene by Gas Chromatography.
18. ASTM E 1863-97 Standard Test Method for Analysis of Acrylonitrile by Gas Chromatography.
19. ГОСТ 23781-87 Газы горючие природные. Хроматографический метод определения компонентного состава.
20. ISO 6974-6:2002 Natural gas. Determination of composition with defined uncertainty by gas chromatography. Determination of hydrogen, helium, oxygen, nitrogen, carbon dioxide and C1 to C8 hydrocarbons using three capillary columns.

THE BASIC COMPONENT (SOLVENT) AS THE INTERNAL STANDARD IN THE CHROMATOGRAPHIC QUANTITY DETERMINATION OF IMPURITIES

S. V. Charapitsa, S. M. Bychkov, A. N. Kovalenko, A. L. Mazanik,
N. M. Selezmina*, O. B. Seredinskaya**

The method of the chromatographic quantity determination of impurities using the basic component (solvent) as internal standard is proposed. The analysis of the experimental data measured in the accredited laboratories of the Minsk, the Gomel and the Brest winery and distillery "Krystal" (Belarus) show the high metrology characteristics of the proposed method.

* RUE "Minsk Krystal", Belarus.

** LLC "Nevinnomyssk Azot", Russia