



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

# СПИРТ ЕТИЛОВИЙ, ГОРІЛКИ, НАПОЇ ЛІКЕРО-ГОРІЛЧАНІ

Газохроматографічний метод  
визначання справжності

ДСТУ 4646:2006

*Видання офіційне*

БЗ № 2–2006/169

Київ  
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ  
2007

## ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів

РОЗРОБНИКИ: **С. Олійнічук**, д-р техн. наук; **З. Кравчук**; **Т. Татарінова**; **Т. Дубінченко**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 4 липня 2006 р. № 191

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

---

**Право власності на цей документ належить державі.  
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково  
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.  
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2007

## ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування .....	1
2 Нормативні посилання .....	1
3 Терміни та визначення понять .....	2
4 Відбирання проб і готування зразків .....	2
5 Метод вимірювання .....	3
5.1 Принцип методу .....	3
5.2 Засоби та допоміжні пристрої, реактиви, матеріали .....	3
5.3 Готування до проведення вимірювань .....	4
5.4 Градування хроматографа .....	4
5.5 Проведення вимірювань .....	5
5.6 Опрацювання результатів вимірювань .....	5
5.7 Норми похибки вимірювань .....	6
5.8 Контролювання якості вимірювань .....	6
6 Вимоги щодо безпеки .....	8
Додаток А .....	9
Рисунок 1 Хроматограма градувального водно-етанольного розчину 1 .....	9
Рисунок 2 Хроматограма градувального водно-етанольного розчину 2 .....	10
Рисунок 3 Хроматограма градувального водно-етанольного розчину 3 .....	11
Рисунок 4 Хроматограма градувального водно-етанольного розчину 4 .....	12
Додаток Б Таблиця Б.1 Нижня границя визначання вмісту етанолу та мікрокомпонентів за наведеним методом .....	13
Додаток В Бібліографія .....	14



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПИРТ ЕТИЛОВИЙ, ГОРІЛКИ,  
НАПОЇ ЛІКЕРО-ГОРІЛЧАНІ

Газохроматографічний метод визначання справжності

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ, ВОДКИ,  
ЛИКЕРО-ВОДОЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Газохроматографический метод определения подлинности

ETHANOL, VODKAS, LIQUEUR-VODKA PRODUCTS

Gas chromatographic method for determination of authenticity

Чинний від 2007-07-01

## 1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює газохроматографічний метод визначання справжності спирту етилового із харчової сировини, горілок, горілок особливих та лікєро-горілочаних напоїв.

Метод передбачає одночасне визначання вмісту етанолу та мікрокомпонентів, які можуть міститися в спирті етиловому ректифікованому, горілках, горілках особливих і лікєро-горілочаних напоях, а саме: метанолу, 2-пропанолу, 1-пропанолу, ізобутилового спирту, 1-бутанолу, ізоамілового спирту (вищі спирти), ацетальдегіду, ацеталу (альдегіди); кротональдегіду, акролеїну (ненасичені альдегіди), метилацетату, етилацетату, ізобутилацетату, етилбутирату, ізоамілацетату метилпропіонату, етилпропіонату, бутилформіату (естери); оцтової, пропіонової, ізомасляної, масляної, ізовалеріанової, валеріанової, капронової кислоти (леткі кислоти), фурфуролу.

Метод придатний для визначання вмісту денатурувальних добавок та домішок хімічних сполук, які можуть потрапляти в продукцію внаслідок порушень технології виробництва, умов зберігання та транспортування, а саме: 2-бутанолу, 1-пентанолу, 1-гексанолу (вищі спирти), ацетону та 2-бутанону (кетони), бензилового спирту та 2-фенілетанолу (ароматичні спирти), бензальдегіду (ароматичний альдегід), етилового етеру, третбутанолу, діетилфталату, циклогексану, етиленгліколю, діетиленгліколю, пропіленгліколю, бензолу, толуолу, ксилолу та інших летких сполук, а також для досліджень сумішей водно-спиртових.

Діапазон визначання масових концентрацій мікрокомпонентів (крім метанолу) — від 0,5 мг/дм<sup>3</sup> до 1000 мг/дм<sup>3</sup>, об'ємної частки метанолу від 0,0001 % до 0,2 %, об'ємної частки етанолу від 0,5 % до 100 %. В разі більш високих концентрацій мікрокомпонентів пробу розбавляють.

## 2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі стандарти:

ДСТУ ISO 8258-2001 Статистичний контроль. Контрольні карти Шухарта

ДСТУ 4164:2003 Напої лікєро-горілочані. Правила приймання і методи випробовування

ДСТУ 4165:2003 Горілки і горілки особливі. Правила приймання і методи випробовування

ДСТУ 4181:2003 Спирт етиловий ректифікований і спирт етиловий сирець. Правила приймання і методи випробовування

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ГОСТ 8.207–76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения (ГСВ. Прямі вимірювання з багаторазовими спостереженнями. Методи опрацювання результатів спостережень. Основні положення)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования (ССБП. Вибухобезпечність. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования безопасности и номенклатуры видов защиты (ССБП. Електробезпечність. Загальні вимоги безпеки і номенклатура видів захисту)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні вимоги)

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия (Водень технічний. Технічні умови)

ГОСТ 5583–78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия (Кисень газоподібний технічний та медичний. Технічні умови)

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435) Азот газообразный и жидкий. Технические условия (Азот газоподібний і рідкий. Технічні умови)

ГОСТ 17433–80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности (Промислова чистота. Стиснене повітря. Класи забрудненості)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд і устаткування лабораторне скляне. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой (Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією міткою)

ГОСТ 29224–91 (ИСО 386–77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения (Посуд лабораторний скляний. Термометри рідинні скляні лабораторні. Принципи побудови, конструювання та використання)

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки поградуєвані. Частина 1. Загальні вимоги).

### 3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті подано такі терміни та поняття:

#### **визначання справжності**

Дослідження вмісту етанолу і мікрокомпонентів у спирті етиловому ректифікованому, горілках та лікєро-горілчаных напоях

**назви хімічних сполук** (у квадратних дужках наведено реєстраційні номери CAS, у круглих дужках — назви згідно з номенклатурою IUPAC): етанол [64-17-5], ацетальдегід [75-07-0] (етаналь), ацеталь [105-57-7] (діетилацеталь ацетальдегіду), метилацетат [79-20-9], етилацетат [141-78-6], етилбутират [105-54-4], ізобутилацетат [110-19-0], ізоамілацетат [123-92-2], метиловий спирт [67-56-1], 1-пропанол [71-23-8], 2-пропанол [67-63-0], ізобутиловий спирт [78-83-1] (2-метилпропанол-1), 1-бутанол [71-36-3], ізоаміловий спирт [123-51-3] (3-метилбутанол-1), акролеїн [107-02-8], 2-бутанол [78-92-2], 1-пентанол [71-41-0], 1-гексанол [11-27-3], кротональдегід [4170-30-3], ацетон [67-64-1], 2-бутанон [24313-50-6], бензиловий спирт [100-51-6], 2-фенілетанол [60-12-8], бензальдегід [100-52-7], етиловий етер (етиловий ефір) [60-29-7], третбутанол [75-65-0], фурфурол [98-01-1], оцтова кислота [64-19-7], пропіонова кислота [79-09-4], ізомасляна кислота [79-31-2], масляна кислота [107-96-6], ізовалеріанова кислота [503-74-2], валеріанова кислота [109-52-4], капронова кислота [142-62-1], етиленгліколь [107-21-1], діетиленгліколь [111-46-6], пропіленгліколь [57-55-6], діетилфталат [84-66-2], циклогексан [110-82-7], бензол [71-43-2], толуол [108-88-3], ксилол [106-42-3].

### 4 ВІДБИРАННЯ ПРОБ І ГОТУВАННЯ ЗРАЗКІВ

**4.1** Відбирання проб для випробовування та визначання об'ємної частки етилового спирту в спирті етиловому ректифікованому здійснюють згідно з ДСТУ 4181, горілок і горілок особливих — згідно з ДСТУ 4165, лікєро-горілчаных напоїв — згідно з ДСТУ 4164.

**4.2** Щоб проконтролювати відтворність, середню пробу, що надійшла у лабораторію для досліджень (одна пляшка), ділять на дві рівні частини і з кожної частини готують зразок згідно з 4.3, 4.4 або 4.5.

**4.3** Досліджують спирт етиловий, горілки, горілки особливі та безбарвні лікєро-горілчані напої аналізуванням безпосередньо із середньої проби. Для цього із середньої проби піпеткою місткістю 1 см<sup>3</sup> у віалу місткістю 2 см<sup>3</sup> відбирають зразок об'ємом 1 см<sup>3</sup> і щільно закривають ковпачком. Віалу безпосередньо перед введенням проби споліскують досліджуваною пробєю.

**4.4** Проби забарвлених лікєро-горілчаних напоїв та проби водно-спиртової суміші невідомого походження заздальєгідь переганяють згідно з ДСТУ 4164. Із відгону середньої проби піпеткою місткістю 1 см<sup>3</sup> у віалу місткістю 2 см<sup>3</sup> відбирають зразок об'ємом 1 см<sup>3</sup> і щільно закривають ковпачком. Віалу безпосередньо перед введенням проби споліскують досліджуваним відгоном.

**4.5** У разі, якщо вміст мікрокомпонентів в досліджуваному зразку перевищує 1000 мг/дм<sup>3</sup>, його розбавляють. Щоб розбавити 1 см<sup>3</sup> проби або відгону проби, відбирають піпеткою місткістю 1 см<sup>3</sup> у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 1770), доводять до позначки водним розчином спирту етилового ректифікованого, згідно з ДСТУ 4221, такої самої міцності, як досліджуваний зразок, ретельно перемішують. Якщо вміст мікрокомпонентів після розбавлення перевищує 1000 мг/дм<sup>3</sup>, процедуру повторюють. З отриманого розчину піпеткою місткістю 1 см<sup>3</sup> у віалу місткістю 2 см<sup>3</sup> відбирають зразок об'ємом 1 см<sup>3</sup> і щільно закривають ковпачком. Віалу безпосередньо перед введенням проби споліскують цим самим розчином. У разі опрацювання результатів вимірювання враховують коефіцієнт розбавлення.

**4.6** Відібрані проби досліджують згідно з 5.1—5.5. Якщо етанол виявлено і оцінено як основний компонент (за площею піка), то здійснюють кількісне визначання об'ємної частки етилового спирту згідно з ДСТУ 4164, ДСТУ 4165, ДСТУ 4181.

## 5 МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ

### 5.1 Принцип методу

Метод ґрунтується на газохроматографічному розділенні етанолу і мікрокомпонентів досліджуваної проби у капілярній колонці і наступному їх детектуванні полуменево-іонізаційним детектором. Вимірювання виконують за методом зовнішнього стандарту (абсолютне градування). Тривалість хроматографічного досліджування однієї проби — не більше 45 хв.

### 5.2 Засоби та допоміжні пристрої, реактиви, матеріали

**Хроматограф газовий** з полуменево-іонізаційним детектором, інжектором з можливістю поділу потоку для роботи з капілярними колонками, межею детектування за нормальними вуглеводнями (C<sub>7</sub>—C<sub>15</sub>) не більше 5·10<sup>-12</sup> г/с.

**Комп'ютер або інтегратор** з програмним забезпеченням.

**Колонка хроматографічна капілярна** FFAP 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм. Допустиме застосування капілярних колонок з іншими фазами і технічними характеристиками, що забезпечують розділення, не гірше наведеного на рисунках 1, 2, 3, 4 (додаток А).

**Мікрошприц** місткістю 1 мм<sup>3</sup>, 5 мм<sup>3</sup> або 10 мм<sup>3</sup> згідно з чинними нормативними документами.

**Колба 2-100-2** — згідно з ГОСТ 1770.

**Лійка В-36-50 ХС** — згідно з ГОСТ 25336.

**Піпетка 3-1-1-0.5** — згідно з ГОСТ 29227.

**Піпетка 2-2-1** — згідно з ГОСТ 29169.

**Термометр лабораторний шкальний** ТЛ 2 з ціною поділки 0,5 °С, діапазоном вимірювання (0—55) °С — згідно з ГОСТ 29224.

**Віали місткістю 2 см<sup>3</sup>** з ковпачком з тефлоновою ущільнювальною мембраною — згідно з чинними нормативними документами.

**Стандартні атестовані зразки** градуювальних водно-етанольних розчинів, згідно з чинними нормативними документами, або атестовані зразки градуювальних водно-етанольних розчинів, виготовлені хіміком-аналітиком.

**Примітка.** Для градування хроматографа використовують такі комплекти градуювальних водно-етанольних розчинів: а) стандартний комплект градуювальних розчинів для спирту етилового з об'ємною часткою етанолу 96 % (КПС)

та горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв з об'ємною часткою етанолу 40 % (КПГ), що містить розчини ацетальдегіду, метилацетату, етилацетату, етилбутирату, ізобутилацетату, ізоамілацетату, метанолу, 1-пропанолу, 2-пропанолу, ізобутилового спирту, 1-бутанолу, ізоамілового спирту, 2-бутанолу, 1-пентанолу, 1-гексанолу, кротональдегіду, ацетону, 2-бутанону, бензилового спирту, фенілетанолу, бензальдегіду, етилового етеру;

б) стандартний комплект для спирту етилового з об'ємною часткою етанолу 96 % (ККФС) та горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв з об'ємною часткою етанолу 40 % (ККФГ), що містить фурфурол та леткі кислоти — оцтову, пропіонову, ізомасляну, масляну, ізовалеріанову, валеріанову, капронову;

в) стандартний комплект для спирту етилового з об'ємною часткою етанолу 96 % (КДС) та горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв з об'ємною часткою етанолу 40 % (КДГ), що містить третбутанол, діетилфталат, циклогексан, етиленгліколь, діетиленгліколь, пропіленгліколь, бензол, толуол, ксилол;

г) стандартний комплект для спирту етилового з об'ємною часткою етанолу 96 % (КАС) та горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв з об'ємною часткою етанолу 40 % (КАГ), що містить акролеїн.

**Вміст мікрокомпонентів градуювальних водно-етанольних розчинів повинен перекривати діапазон, наведений в розділі 1.**

**Газ-носії — азот, ос.ч.** — згідно з ГОСТ 9293. Допустимо застосовувати генератори азоту.

**Водень технічний марки А** — згідно з ГОСТ 3022. Допустимо застосовувати генератори водню.

**Повітря стиснене** — згідно з ГОСТ 17433, клас забрудненості 0. Допустимо застосовувати повітряні компресори будь-якого типу, які забезпечують тиск і чистоту повітря відповідно до інструкції з експлуатування газового хроматографа.

Допустима заміна повітря на кисень згідно з ГОСТ 5583.

Допустимо застосовувати інші засоби вимірювань, допоміжні пристрої, матеріали і реактиви з характеристиками не гіршими, ніж наведені.

### 5.3 Готування до проведення вимірювань

**5.3.1** Монтують, налагоджують і приводять хроматограф в робочий режим відповідно до інструкції щодо експлуатування хроматографа.

**5.3.2** Кондиціонування колонки здійснюють відповідно до інструкції щодо експлуатування колонки.

**5.3.3** Умови хроматографування:

— температурна програма термостата колонок	від 70 °С, протягом 8,5 хв зі швидкістю 15 °С /хв до 210 °С
— температура випаровувача (інжектора)	190 °С
— коефіцієнт ділення потоку	40:1
— температура детектора	220 °С
— об'ємна витрата повітря	від 12 дм <sup>3</sup> /год до 18 дм <sup>3</sup> /год
— або кисню	від 9 дм <sup>3</sup> /год до 11 дм <sup>3</sup> /год
— об'ємна витрата водню	від 0,7 дм <sup>3</sup> /год до 1,8 дм <sup>3</sup> /год
— об'ємна витрата газу-носія (азот)	0,07 дм <sup>3</sup> /год
— об'єм проби	1 мм <sup>3</sup> .

Допустиме досліджування в інших умовах хроматографування, що забезпечує розділення мікрокомпонентів не гірше наведеного на рисунках 1, 2, 3, 4 (додаток А).

Правильність вибору умов хроматографування перевіряють, вводючи в інжектор хроматографа контрольний зразок для перевіряння хроматографічного розділення піків. Цей контрольний зразок повинен вміщати всі цільові мікрокомпоненти.

Вибрані умови хроматографування повинні забезпечувати такий ступінь повноти розділення цільових піків, щоб відношення різниці між висотою меншого із двох піків і висотою мінімуму між піками, вимірюваними від нульової лінії до висоти меншого із двох піків, перевищувало 0,5.

У разі неможливості виявити всі цільові компоненти в одних умовах, слід підібрати кілька варіантів режимів для оптимального розділення піків.

### 5.4 Градування хроматографа

**5.4.1** Для градування використовують стандартні атестовані зразки градуювальних водно-етанольних розчинів, виготовлених згідно з чинними нормативними документами, або атестовані зразки градуювальних водно-етанольних розчинів, виготовлені аналітиком, з чистих речовин з вмістом основного компонента не менше 98 %.

**5.4.2** Хроматограф градують за кількома комплектами градуювальних водно-етанольних розчинів, які містять основний компонент — етанол та різні мікрокомпоненти, згідно з 5.2.



**5.4.3** Градуюють хроматограф, застосовуючи градувальні водно-етанольні розчини з таким вмістом цільових мікрокомпонентів, що перекривають вимірюваний діапазон.

Градувальні водно-етанольні розчини витримують до введення в інжектор хроматографа за температури  $(20 \pm 2)$  °С в кімнаті або на водяній бані не менше ніж 30 хв.

Записують хроматограми кожного градувального розчину. Реєструють час утримування і площі (висоти) піків мікрокомпонентів.

Типові хроматограми градувальних водно-етанольних розчинів подані на рисунках 1, 2, 3, 4 (додаток А).

Вимірювання кожного рівня концентрацій повторюють. Для будування градувальної залежності застосовують метод найменших квадратів та засоби обчислювальної техніки (комп'ютери, відповідні програми для опрацювання та візуалізації даних). Заносять в програму приписані значення вмісту етанолу та мікрокомпонентів в градувальному розчині та величину об'єму введеної проби. Використовуючи комп'ютерні програми або вираховуючи, згідно з ГОСТ 8.207, перевіряють значення СКВ (середній квадратичний відхил) площі (висоти) піка кожного мікрокомпонента. Якщо результати трьох вимірювань задовольняють вимогу СКВ менше ніж 8 %, то градування одного концентраційного рівня завершено. У інших випадках слід проводити наступне введення проби. Якщо результати незадовільні, аналізують причини, що привели до цього, і усувають їх. Після градування одного концентраційного рівня проводять аналогічно градування другого (третього) концентраційного рівня.

Градування за кількома сумішами здійснюють згідно з інструкцією до програмного забезпечення хроматографа.

Перевіряють градувальну залежність згідно з контрольним зразком так часто, як це дає змогу критерій контролювання якості вимірювання — відносна різниця градувальних коефіцієнтів для поточного та попереднього аналізу не повинна перевищувати 10 %. Як контрольний зразок використовують градувальну суміш. Для наочності будують контрольні діаграми Шухарта згідно з ДСТУ ISO 8258.

## **5.5 Проведення вимірювань**

Дослідження проби.

Зразок витримують до введення в інжектор хроматографа за температури  $(20 \pm 2)$  °С в кімнаті або на водяній бані не менше ніж 30 хв.

У випаровувач (інжектор) мікрошприцом вводять  $1 \text{ мм}^3$  зразка і проводять хроматографічне розділення в умовах, наведених у 5.3.3. Ідентифікацію піків проводять за часом утримування стандартних речовин. Реєструють піки, що відповідають основному компоненту та кожному мікрокомпоненту градувального розчину, вимірюють площі (висоти) піків основних компонентів та мікрокомпонентів.

Проводять два паралельні дослідження проби. Оперативний контроль збіжності здійснюють згідно з 5.8. У разі перевищення нормативу оперативного контролювання збіжності дослідження повторюють.

Щоб уточнити ідентифікацію сумнівних піків, необхідно проводити додаткові дослідження зразка і градувального розчину з цільовими компонентами в інших умовах хроматографування (інші температури колонки, швидкості потоку газу-носія, використання колонки з фазою іншої полярності), дослідження суміші зразка з розчином цільового компонента або використовувати газохроматографічний метод з мас-спектрометричним детектуванням.

## **5.6 Опрацювання результатів вимірювань**

**5.6.1** Опрацюють результати вимірювань, використовуючи програмне забезпечення персонального комп'ютера, який входить до складу комплексу хроматографа, відповідно до інструкції з експлуатування. Кількісний вміст мікрокомпонента знаходять, користуючись комп'ютерною програмою, за градувальною залежністю.

**5.6.2** За результат вимірювання беруть середнє арифметичне значення двох паралельних визначань, допустима різниця між якими не повинна перевищувати норматив оперативного контролювання збіжності  $d_n$ , значення якого наведено у таблиці 2, та обчислене з такою кількістю значущих цифр, щоб остання цифра результату була першою значущою цифрою границі абсолютної похибки.

Для перерахунку на безводний спирт результати вмісту в об'ємі проби перемножують на коефіцієнт П, який визначають за формулою:

$$П = 100 : \varphi, \quad (1)$$

де  $\varphi$  — об'ємна частка етанолу в досліджуваній пробі, %;  
100 — об'ємна частка етанолу в безводному спирті, %.

Результати вимірювань вмісту основного компонента та мікрокомпонентів виражають у таких одиницях:

- етанол — об'ємна частка у відсотках;
  - метанол — об'ємна частка у відсотках в перерахунку на безводний спирт;
  - для інших мікрокомпонентів — масова концентрація в перерахунку на безводний спирт, мг/дм<sup>3</sup>.
- Результат визначання вмісту кожного мікрокомпонента в пробі представляють у вигляді

$$(\varphi_{\text{сер}} \pm \Delta_{\varphi})\%, \text{ та } (\rho_{\text{сер}} \pm \Delta_{\rho})\text{мг/дм}^3, \quad (2)$$

де  $\varphi_{\text{сер}}$  — середнє арифметичне значення двох результатів паралельних визначань об'ємної частки метанолу, %;

$\rho_{\text{сер}}$  — середнє арифметичне значення двох результатів паралельних визначань масової концентрації мікрокомпонента, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{\rho}, \Delta_{\varphi}$  — довірчі границі абсолютної похибки вимірювання вмісту мікрокомпонента:

$$\Delta_{\rho} = 0,01\delta \cdot \varphi_{\text{сер}} \text{ або } \Delta_{\varphi} = 0,01\delta \cdot \rho_{\text{сер}}, \quad (3)$$

де  $\delta$  — довірчі границі відносної похибки вимірювання вмісту відповідного мікрокомпонента, % (наведено у таблиці 1).

### 5.7 Норми похибки вимірювань

Методика виконання вимірювань забезпечує виконання вимірювань з відносними похибками, які не перевищують наведених у таблиці 1.

Таблиця 1

Мікрокомпонент, одиниця вимірювання вмісту	Діапазон вимірювання вмісту	Довірчі границі відносної похибки вимірювань, $\delta$ за умови, що $P = 0,95, \%$
Усі мікрокомпоненти, крім метанолу, масова концентрація, мг/дм <sup>3</sup>	Від 0,5 до 1,0 включ.	$\pm 20$
	Понад 1,0 » 10,0 »	$\pm 15$
	» 10,0 » 1000 »	$\pm 10$
Метанол, об'ємна частка, %	Від 0,0001 до 0,001 включ.	$\pm 20$
	Понад 0,001 » 0,1 »	$\pm 15$
	» 0,1 » 0,2 »	$\pm 10$

### 5.8 Контролювання якості вимірювань

Значення нормативів контролювання характеристик похибки визначання масової концентрації або об'ємної частки наведено у таблиці 2.

Таблиця 2

Мікрокомпонент, одиниця вимірювання вмісту	Діапазон вимірювань вмісту	Значення нормативів контролювання		
		збіжності $d_n, n = 2, P = 0,95, \%$	внутрішньо-лабораторної відтворності $D_n, m = 2, P = 0,95, \%$	довірчі границі відносної похибки методу $K_n, P = 0,95, \%$
Усі мікрокомпоненти, крім метанолу, масова концентрація, мг/дм <sup>3</sup>	Від 0,5 до 1,0 включ. Понад 1,0 до 10,0 » » 10,0 » 1000 »	20	25	20
		15	20	15
		10	15	10
Метанол, об'ємна частка, %	Від 0,0001 до 0,001 включ. Понад 0,001 » 0,1 » » 0,1 » 0,2 »	20	30	20
		15	20	15
		10	15	10

**5.8.1** Оперативне контролювання збіжності проводять за допомогою порівнювання різниці результатів двох паралельних визначень після кожного досліджування зразка з нормативом контролювання збіжності. Умови збіжності передбачають виконання дослідження одного й того самого зразка за одних і тих самих умов, одним виконавцем, на одному приладі.

Збіжність результатів паралельних визначень  $d$  вважається задовільною, якщо виконано умову

$$d = 100(\rho_1 - \rho_2) / \rho_{\text{сер}} \leq d_n \quad \text{та} \quad d = 100(\varphi_1 - \varphi_2) / \varphi_{\text{сер}} \leq d_n, \quad (4)$$

- де  $\rho_1, \rho_2$  — більший і менший результат із двох паралельних визначень для кожного мікрокомпонента, крім метанолу, виконаних в умовах збіжності, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\rho_{\text{сер}}$  — середнє арифметичне двох результатів паралельних визначень для кожного мікрокомпонента, крім метанолу, виконаних в умовах збіжності, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\varphi_1, \varphi_2$  — більший і менший результат із двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах збіжності, %;  
 $\varphi_{\text{сер}}$  — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах збіжності, %;  
 $d_n$  — норматив контролювання збіжності, наведений у таблиці 2.

У разі перевищування нормативу оперативного контролювання збіжності дослідження повторюють, а у разі повторного перевищування вказаного нормативу аналізують причини, що привели до отримання незадовільних результатів контролювання, і усувають їх.

**5.8.2** Контролювання відтворності в лабораторії здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці. Через кожні 50 проб хроматографують лабораторний контрольний зразок. Як такий використовують реальний спирт або горілчаний напій. Вміст мікрокомпонентів у ньому повинен бути близький до вмісту їх у досліджуваних зразках.

Два паралельні зразки досліджують згідно з методикою, використовуючи різні партії реактивів, різний час проведення дослідження, залучаючи різних аналітиків, на різних приладах. Отримують два результати дослідження ( $\rho_1, \rho_2; \varphi_1, \varphi_2$ ) в умовах внутрішньолабораторної відтворності.

Відносна різниця між двома результатами дослідження  $D$  не повинна бути більшою значення нормативу контролювання відтворності

$$D = 100(\rho_1 - \rho_2) / \rho_{\text{сер}} \leq D_n \quad \text{та} \quad D = 100(\varphi_1 - \varphi_2) / \varphi_{\text{сер}} \leq D_n, \quad (5)$$

- де  $\rho_1, \rho_2$  — більший і менший результат із двох паралельних визначень для кожного мікрокомпонента, крім метанолу, виконаних в умовах відтворності, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\rho_{\text{сер}}$  — середнє арифметичне двох результатів паралельних визначень для кожного мікрокомпонента, крім метанолу, виконаних в умовах відтворності, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\varphi_1, \varphi_2$  — більший і менший результат із двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах відтворності, %;  
 $\varphi_{\text{сер}}$  — середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень об'ємної частки метанолу, виконаних в умовах відтворності, %;  
 $D_n$  — норматив контролювання відтворності, наведений у таблиці 2.

У разі перевищення нормативу контролювання відтворності дослідження повторюють, а у разі повторного перевищення вказаного нормативу аналізують причини, що привели до отримання незадовільних результатів контролю, і усувають їх.

**5.8.3** Внутрішньолабораторне контролювання границі відносної похибки методу  $K$  здійснюють періодично, але не рідше одного разу за три місяці з використанням відповідного контрольного зразка. Як такий використовують стандартний зразок водно-етанольного розчину. Вміст мікрокомпонентів у ньому повинен бути близький до їх вмісту в досліджуваних зразках.

$$K = 100(\rho - \rho_{\text{СЗ}}) / \rho_{\text{СЗ}} \leq K_n \quad \text{та} \quad D = 100(\varphi - \varphi_{\text{СЗ}}) / \varphi_{\text{СЗ}} \leq K_n, \quad (6)$$

- де  $\rho$  — результат визначень масової концентрації кожного мікрокомпонента у стандартному зразку, крім метанолу, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\rho_{\text{СЗ}}$  — атестоване значення масової концентрації мікрокомпонента у стандартному зразку, крім метанолу, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $\varphi$  — результат визначень об'ємної частки метанолу у стандартному зразку, %;

$\varphi_{C3}$  — атестоване значення об'ємної частки метанолу у стандартному зразку, %;  
 $K_n$  — норматив контролювання границі відносної похибки, наведений у таблиці 2.

**5.8.4** Зовнішньолабораторне контролювання границі відносної похибки методу *K* здійснюють періодично, але не рідше одного разу на рік у рамках міжлабораторних випробовувань або програм професійного тестування з використанням відповідного тестового матеріалу. Як такий використовують стандартний зразок згідно з чинними нормативними документами. Вміст мікрокомпонентів у ньому повинен бути близький до їх вмісту в досліджуваних зразках.

У разі перевищування нормативу контролювання границі відносної похибки методу дослідження повторюють, а у разі повторного перевищування вказаного нормативу аналізують причини, що привели до незадовільних результатів контролювання, і усувають їх згідно з внутрішньолабораторною документацією з системи якості.

**5.8.5** Нижня границя визначання вмісту кожного мікрокомпонента наведена у таблиці Б.1 додатка Б.

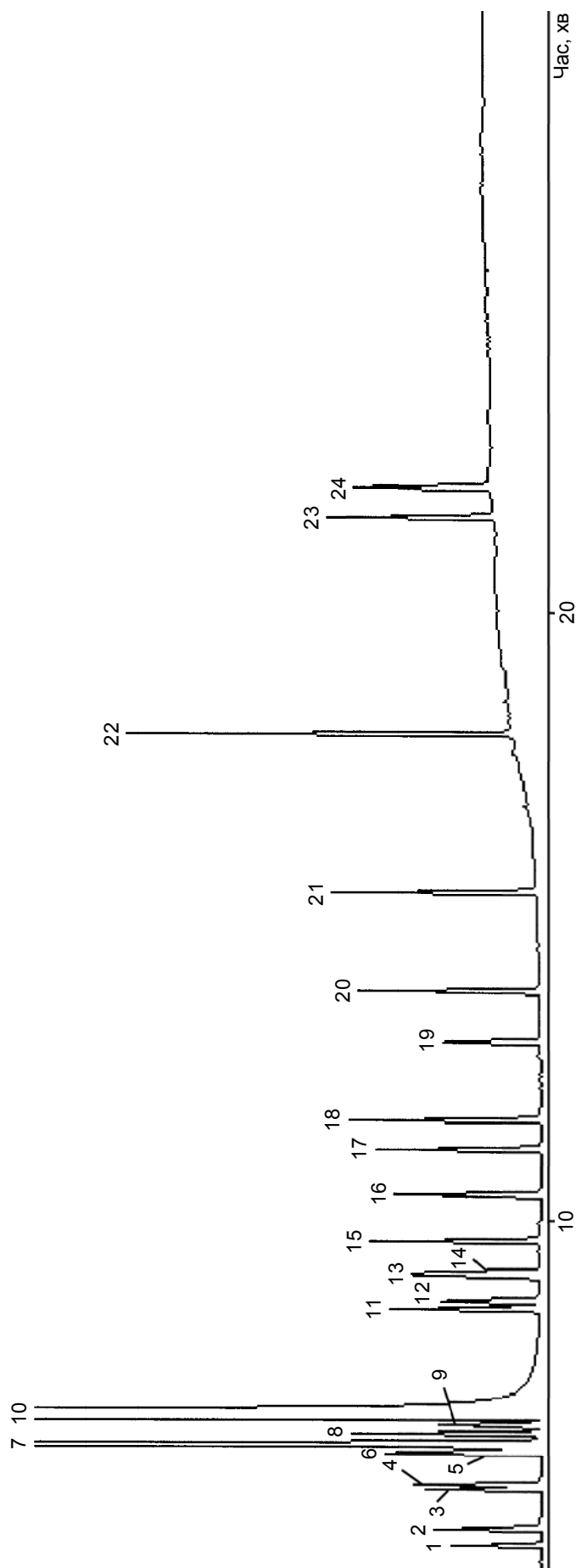
## 6 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

Під час роботи на газовому хроматографі слід дотримуватися:

- правил безпечного експлуатування контейнерів для газів, що працюють під тиском згідно з ДНАОП 0.00-1.07-94 [2];
- вимог щодо вибухової безпеки відповідно до ГОСТ 12.1.010;
- вимог електричної безпеки відповідно до ГОСТ 12.1.019 та інструкції щодо експлуатування приладу.

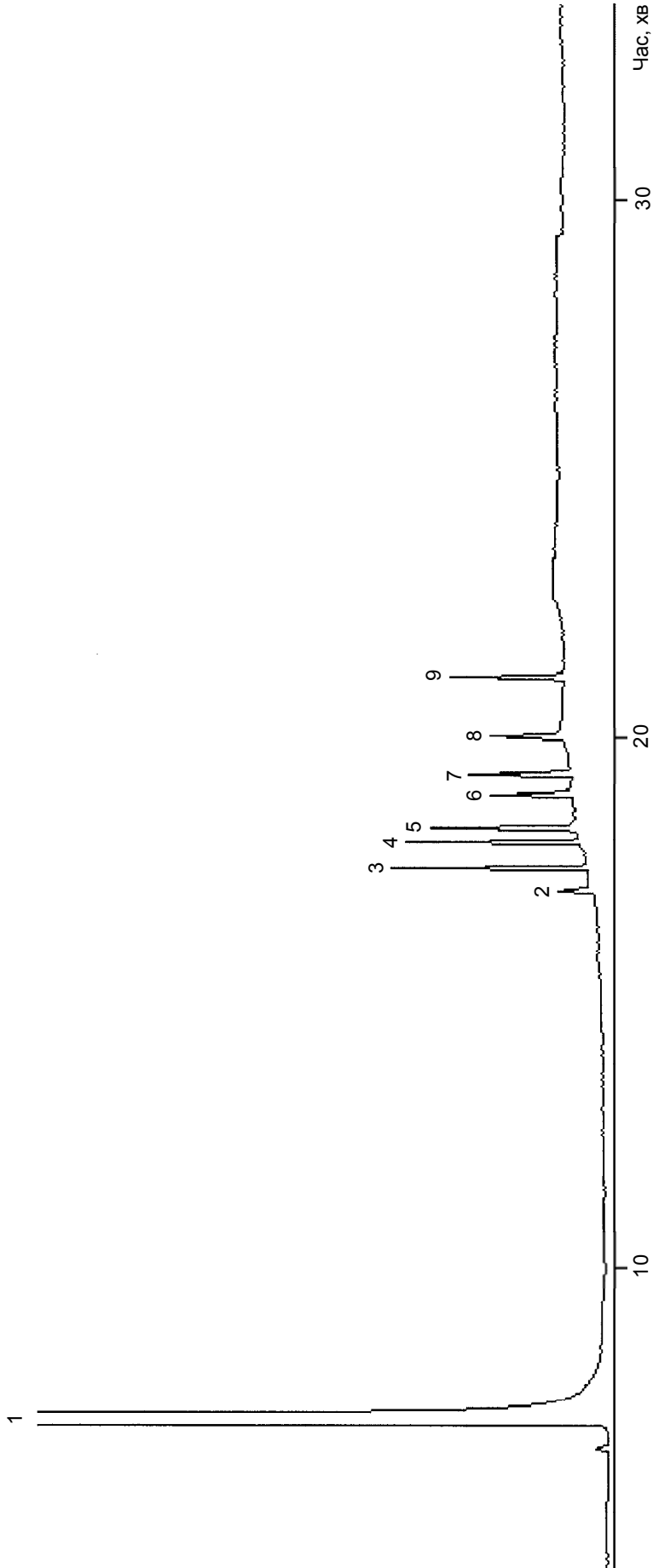
До роботи на газовому хроматографі допускають осіб, що мають кваліфікацію не нижчу інженера, пройшли відповідний тренінг, володіють технікою газохроматографічного досліджування, вивчили інструкцію з експлуатування відповідної апаратури.

ДОДАТОК А  
(ДОВІДКОВИЙ)



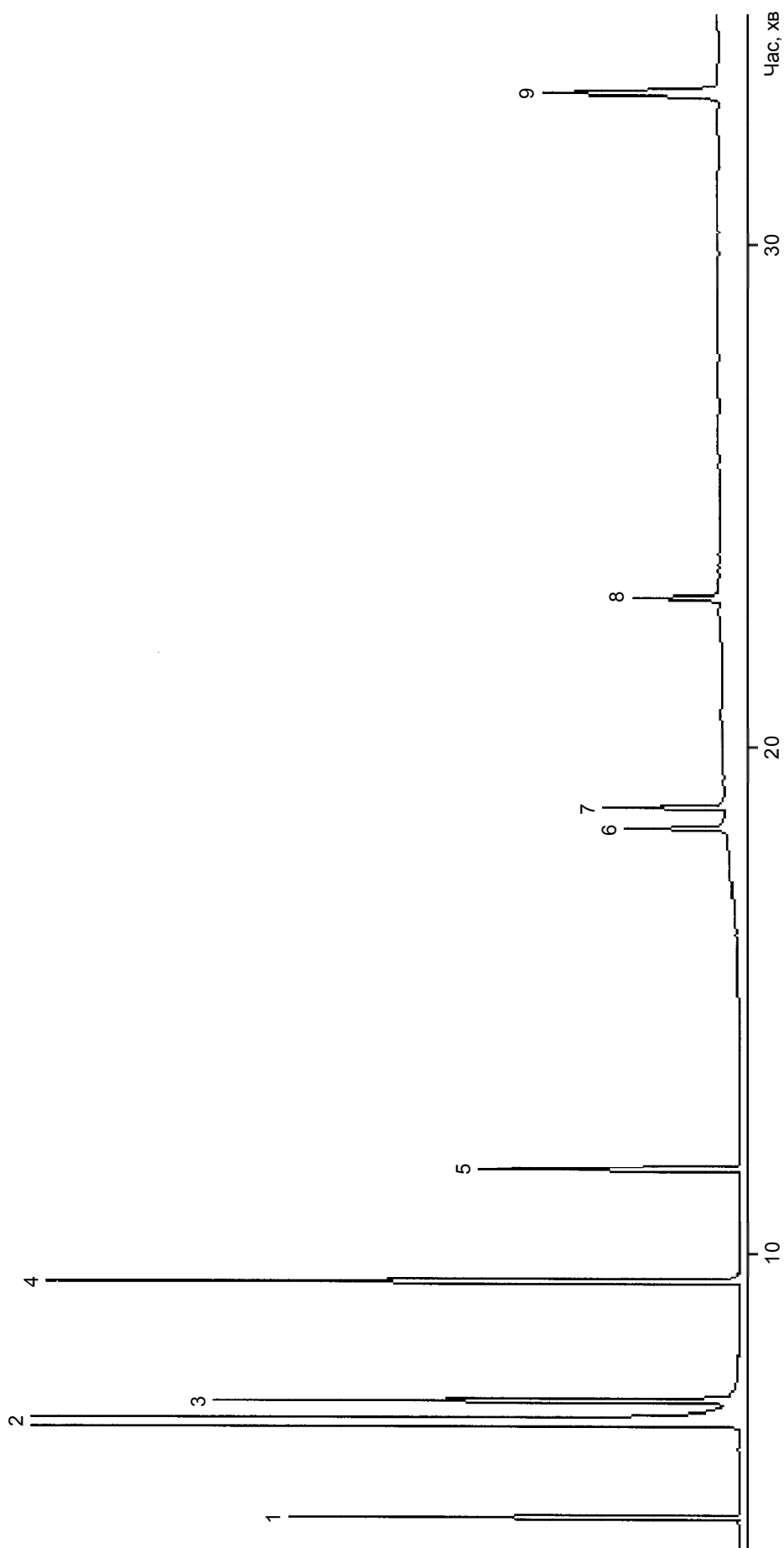
1 — етиловий етер; 2 — ацетальдегід; 3 — ацетон; 4 — метилацетат; 5 — ацетал; 6 — етилацетат; 7 — метанол; 8 — 2-бутанол;  
 9 — 2-пропанол; 10 — етанол; 11 — ізобутилацетат; 12 — 2-бутанол; 13 — 1-пропанол; 14 — етилбутират; 15 — кротональдегід;  
 16 — ізобутиловий спирт; 17 — ізоамілацетат; 18 — 1-бутанол; 19 — ізоаміловий спирт; 20 — 1-пентанол; 21 — 1-гексанол;  
 22 — бензальдегід; 23 — бензиловий спирт; 24 — 2-фенілетанол.

Рисунок 1 — Хроматограма градувувального водно-етанольного розчину 1



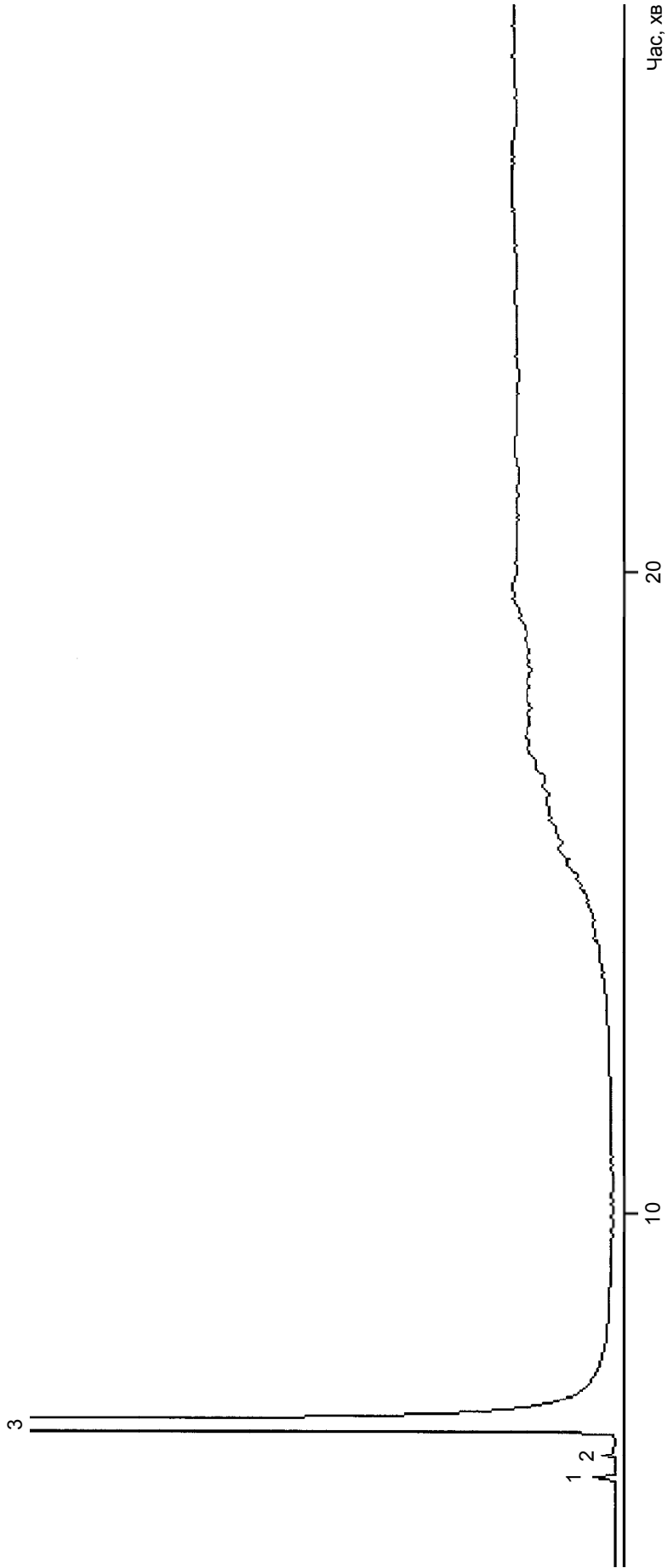
1 — етанол; 2 — оцтова кислота; 3 — фурфурол; 4 — пропіонова кислота; 5 — ізомасляна кислота;  
6 — масляна кислота; 7 — ізовалеріанова кислота; 8 — валеріанова кислота; 9 — капронова кислота.

**Рисунок 2** — Хроматограма градуювального водно-етанольного розчину 2



1 — циклогексан; 2 — етанол; 3 — бензол; 4 — толуол; 5 — п-ксилол;  
6 — пропіленгліколь; 7 — етиленгліколь; 8 — Діетиленгліколь; 9 — Діетилфталат.

**Рисунок 3** — Хроматограма градувального водно-етанольного розчину 3



1 — акролеїн; 2 — метанол; 3 — етанол.

Рисунок 4 — Хроматограма градуєвального водно-етанольного розчину 4



ДОДАТОК Б  
(довідковий)

Таблиця Б.1 — Нижня границя визначання вмісту етанолу та мікрокомпонентів за наведеним методом

№ п/п	Мікрокомпонент, який визначають	Нижня границя визначання етанолу, метанолу (об'ємна частка, %) і мікрокомпонентів (мг/дм <sup>3</sup> )
1	2-бутанол	0,5
2	1-пентанол	0,5
3	1-гексанол	0,5
4	акролеїн	0,5
5	кротональдегід	0,5
6	ацетон	0,5
7	2-бутанон	0,5
8	бензиловий спирт	0,5
9	2-фенілетанол	0,5
10	бензальдегід	0,5
11	етиловий етер	0,5
12	третбутанол	0,5
13	фурфурол	0,2
14	діетилфталат	1,0
15	циклогексан	0,5
16	етиленгліколь	0,5
17	діетиленгліколь	0,5
18	пропіленгліколь	0,5
19	бензол	0,5
20	толуол	0,5
21	ксилол	0,5
22	метанол	0,0001
23	2-пропанол	0,5
24	1-пропанол	0,5
25	ізобутиловий спирт	0,5
26	1-бутанол	0,5
27	ізоаміловий спирт	0,5
28	ацетальдегід	0,5
29	метилацетат	0,5
30	етилацетат	0,5
31	ізобутилацетат	0,5
32	етилбутират	0,5
33	ізоамілацетат	0,5
34	оцтова кислота	1,0
35	пропіонова кислота	1,0
36	ізомасляна кислота	1,0
37	масляна кислота	1,0
38	ізовалеріанова кислота	1,0
39	валеріанова кислота	1,0

Кінець таблиці Б.1

№ п/п	Мікрокомпонент, який визначають	Нижня границя визначання етанолу, метанолу (об'ємна частка, %) і мікрокомпонентів (мг/дм <sup>3</sup> )
40	капронова кислота	1,0
41	етанол	0,5

ДОДАТОК В  
(довідковий)

### БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ТУ У 18.426–99 Розчини водно-етанольні типові  
 2 ДНАОП 0.00-1.07–94 Правила устроюства и безопасной експлуатации сосудов, работающих под давлением. Затв. Держнагляд охорони праці України 18.10.94 р. № 104.

---

Код УКНД 67.160.10

**Ключові слова:** горілки, горілки особливі, напої лікєро-горілчані, спирт етиловий ректифікований, газохроматографічний метод, ацетальдегід, ацеталь, метилацетат, етилацетат, метанол, 2-пропанол, ізобутилацетат, 1-пропанол, етилбутират, ізобутиловий спирт, ізоамілацетат, 1-бутанол, ізоаміловий спирт, 2-бутанол, 1-пентанол, 1-гексанол, акролеїн, кротональдегід, ацетон, 2-бутанон, бензиловий спирт, 2-фенілетанол, бензальдегід, етиловий етер, третбутанол, діетилфталат, циклогексан, етиленгліколь, діетиленгліколь, пропіленгліколь, бензол, толуол, ксилол, оцтова кислота, фурфурол, пропіонова кислота, ізомасляна кислота, масляна кислота, ізовалеріанова кислота, валеріанова кислота, капронова кислота, метрологічні характеристики.

---

Редактор **С. Ковалець**  
Технічний редактор **О. Касіч**  
Коректор **О. Шинкаренко**  
Верстальник **Р. Дученко**

---

Підписано до друку 12.09.2007. Формат 60 × 84 1/8.  
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. Ціна договірна.

---

Виконавець  
Державне підприємство «Український науково-дослідний  
і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)  
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру  
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 р., серія ДК, № 1647