

Прямое определение количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции с использованием этанола в качестве внутреннего стандарта

Руководство для Аналитик 3.1

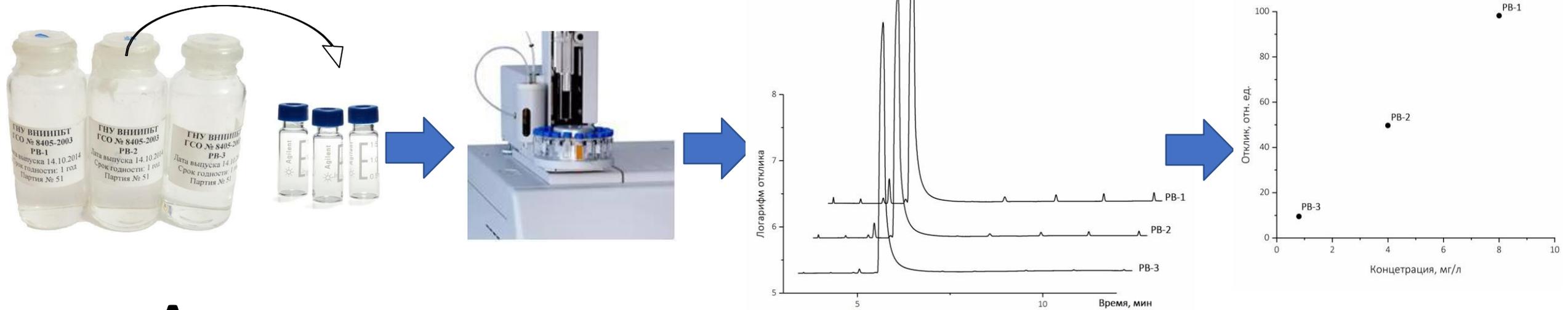


В постсоветских государствах применяется метод внешнего стандарта

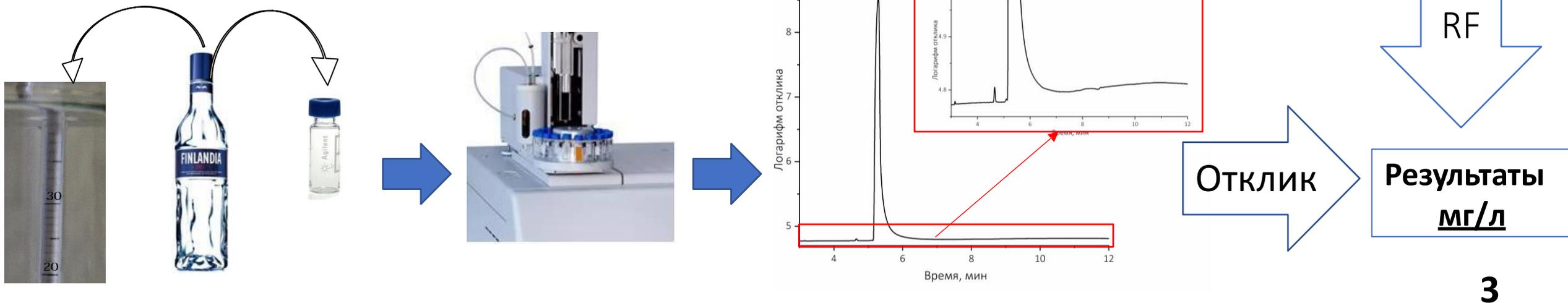
- ГОСТ 30536-2013. Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей.
- СТБ ГОСТ Р 51698-2001. Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей.
- ГОСТ 31684-2012. Спирт этиловый-сырец из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей.
- ГОСТ 33723-2016. Дистиллят зерновой. Технические условия.
- ГОСТ Р 57893-2017. Продукты брожения и сырье для их производства. Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов.
- ГОСТ Р 55983-2014. Фракция головная этилового спирта. Технические условия.
- ГОСТ 33833-2016. Напитки спиртные. Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта.
- ГОСТ 33834-2016. Продукция винодельческая и сырье для ее производства. Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов.
- ГОСТ 33408-2015. Коньяки, дистилляты коньячные, бренди. Определение содержания альдегидов, эфиров и спиртов методом газовой хроматографии.
- СТБ 1385-2013. Спирты коньячные выдержанные. Технические условия.
- СТБ 2139-2011. Дистилляты кальвадосные. Технические условия.
- ДСТУ 4222-2012. Водки, спирт этиловый и водно-спиртовые растворы. Газохроматографический метод определения содержания микрокомпонентов.
- ТУ ВУ 190239501.098-2005 Концентрат головных и промежуточных примесей этилового спирта из пищевого сырья.
- ТУ ВУ 700068910.014-2005 Спирт этиловый ректифицированный технический.
- ТУ РБ 190239501.059-2004 Фракция головная этилового спирта из пищевого сырья.
- ГОСТ Р 52363-2005. Спиртосодержащие отходы спиртового и ликероводочного производства.
- ГОСТ Р 51999-2002. Спирт этиловый технический синтетический ректифицированный и денатурированный. Технические условия.
- Государственная фармакопея Российской Федерации. Т. 3. – Изд. 13-е. – 2015. – С. 169 – 175.
- Государственная фармакопея Республики Беларусь. Т. 2. Общие и частные фармакопейные статьи. Минск, 2007. – С. 295 – 300.

Метод внешнего стандарта

Калибровка



Анализ



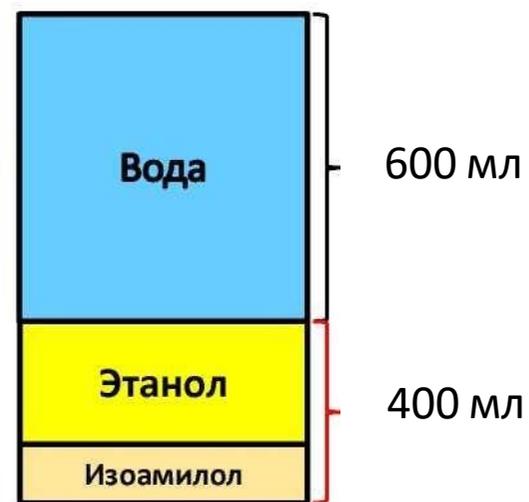
Результаты определения количественного содержания летучих компонентов в алкогольных продуктах должны быть представлены в размерности мг/л безводного этанола

$$C_i (mg / L AA) = \frac{C_i (mg / L)}{\text{strength}(\% v / v)}$$

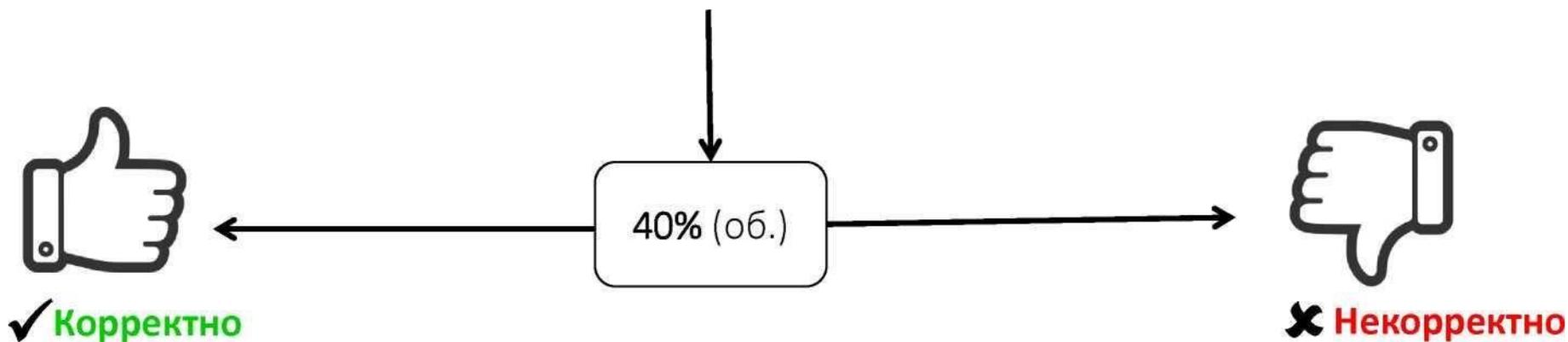
Необходимо определять объемное содержание этанола (крепость) в алкогольном продукте

Проблема видимой крепости

Как установить значение крепости (объемного содержания этанола) **корректно**?

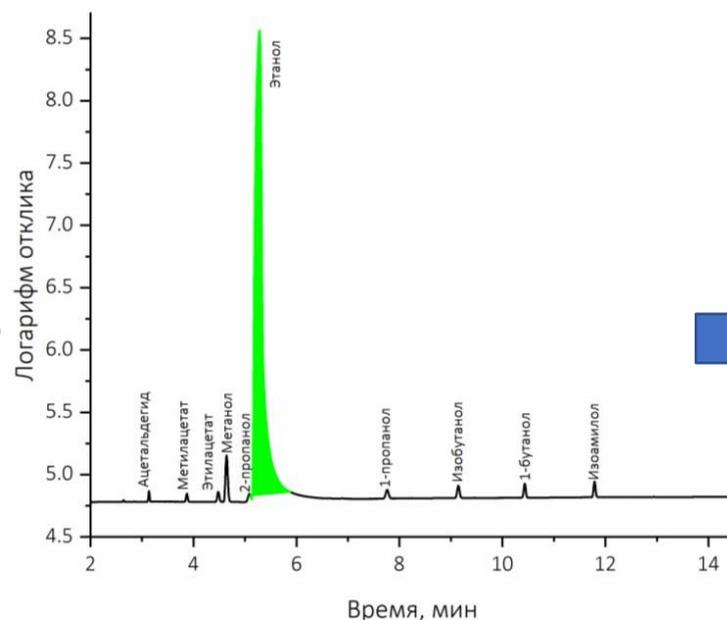


Результат измерения плотности



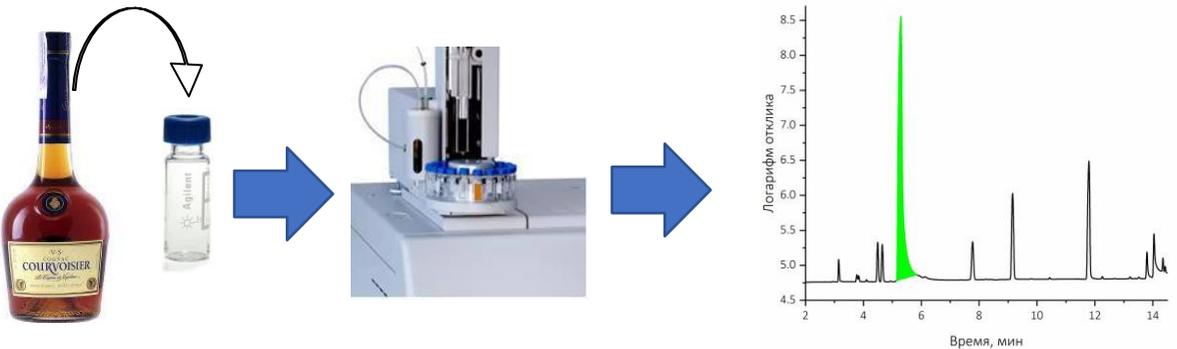
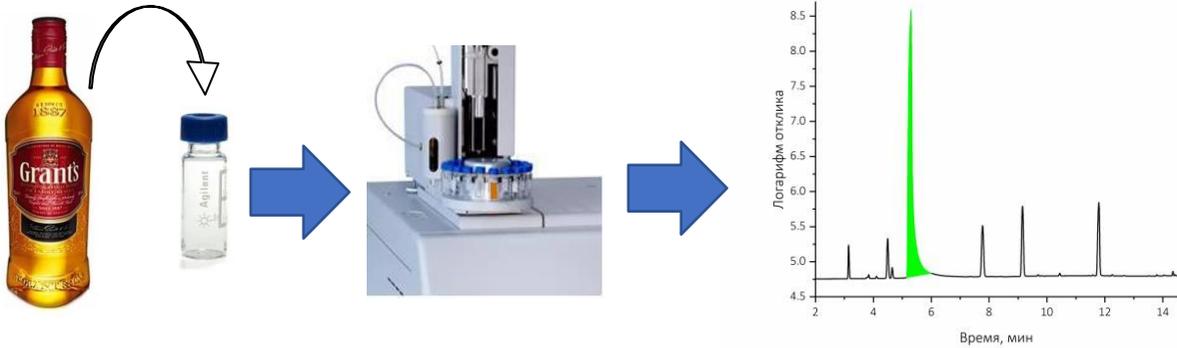
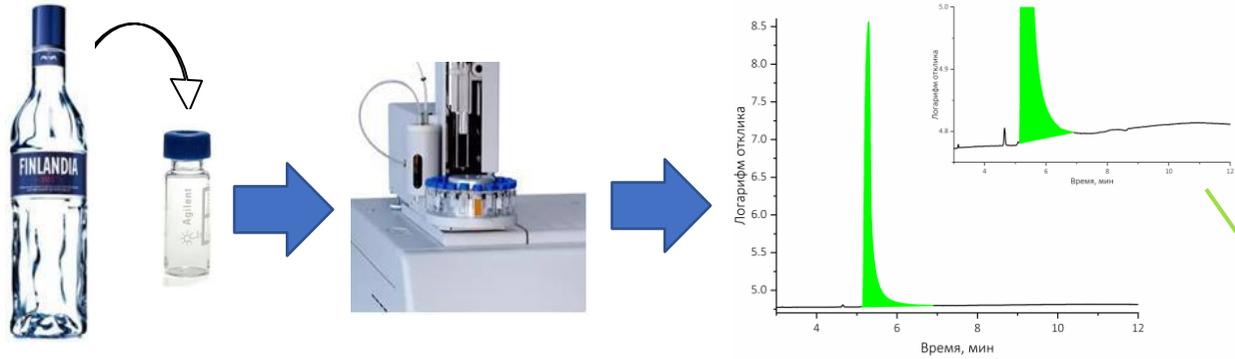
Метод «Этанол – внутренний стандарт» решает проблему видимой крепости

Калибровка:



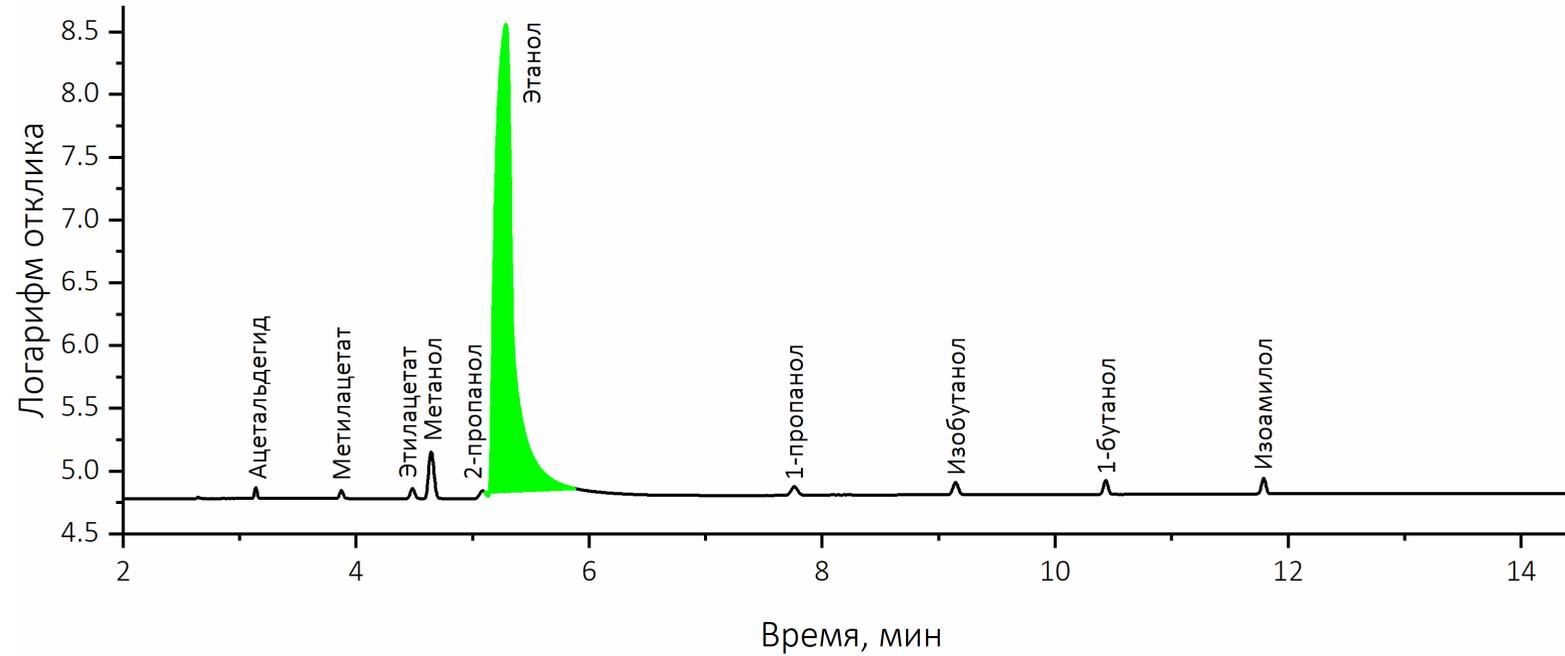
$$RRF_i^{Ethanol} = \frac{C_i^{st} (mg / L AA)}{A_i^{st}} / \frac{\rho_{Ethanol} (mg / L AA)}{A_{Ethanol}^{st}}$$

Метод «Этанол – внутренний стандарт» для анализа алкогольных напитков



$$C_i \text{ (mg / L AA)} = RRF_i^{\text{Ethanol}} \cdot \frac{A_i}{A_{\text{Ethanol}}} \cdot \rho_{\text{Ethanol}} \text{ (mg / L AA)}$$

Хроматограмма калибровочного раствора РВ-1 (ГСО 8405)



№	Компонент	t, мин	Отклик, пА*мин	C, мг/л AA	C, мг/л	RF, мг/(л*мин*пА)	RRF ^{Ethanol}
1	Ацетальдегид	3,146	45,917	24,5	9,8	0,213	2,132
2	Метилацетат	3.839	46,641	23,0	9,2	0,197	1,971
3	Этилацетат	4,493	75,386	22,5	9,0	0,119	1,193
4	Метанол	4,652	509,391	202,2	80,9	0,159	1,586
5	2-пропанол	5,098	79,891	21,8	8,7	0,109	1,088
6	Этанол	5,302	3154441	789300			1,000
7	1-пропанол	7,771	97,732	20,0	8,0	0,082	0,818
8	Изобутанол	9,151	116,459	20,0	8,0	0,069	0,686
9	1-бутанол	10,438	115,092	20,3	8,1	0,070	0,703
10	Изоамилол	11,789	123,517	20,3	8,1	0,066	0,655

$$RRF_i^{Ethanol} = \frac{C_i^{st} (mg / L AA)}{A_i^{st}} / \frac{\rho_{Ethanol} (mg / L AA)}{A_{Ethanol}^{st}}$$

$$RF_i (mg / (L \cdot pA \cdot min)) = \frac{C_i^{st} (mg / L)}{A_i^{st} (pA \cdot min)}$$

**Анализ алкогольных напитков методом
Абсолютной градуировки
(Внешнего стандарта)**

1. Выберите проект или создайте новый

Открыть хроматограмму

Хроматограммы

Абсолютная градуировка (внешний стандарт)

Номер	Дата и время	Проба	Оператор	Назначение	Объем	Метод	Комментарии	Брак
3	12.02.2021 15:11:25	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 14-35-		
4	12.02.2021 15:47:01	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 15-11-		
5	12.02.2021 16:27:49	РС-3-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 15-47-		
6	12.02.2021 17:03:23	РС-3-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 16-27-		
7	12.02.2021 17:38:58	РС-3-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-03-		
8	12.02.2021 18:11:31	РС-3-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-38-		
9	12.02.2021 18:47:06	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-11-		
10	13.02.2021 12:24:39	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-47-		
11	13.02.2021 13:00:10	РС-2-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 12-24-		
12	13.02.2021 13:35:39	РС-2-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-00-		
13	13.02.2021 14:11:07	РС-2-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-35-		
14	13.02.2021 14:46:35	РС-1-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-11-		
15	13.02.2021 15:22:08	РС-1-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-46-		
16	13.02.2021 15:57:40	РС-1-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-22-		
17	13.02.2021 16:33:11	РС-1-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-57-		
18	13.02.2021 17:08:41	РВ-3-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 16-33-		
19	13.02.2021 17:44:10	РВ-3-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-08-		
20	13.02.2021 18:19:41	РВ-3-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-44-		
21	13.02.2021 18:55:12	РВ-3-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-19-		
22	13.02.2021 19:30:42	РВ-2-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-55-		
23	13.02.2021 20:06:13	РВ-2-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 19-30-		
24	13.02.2021 20:41:45	РВ-2-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-06-		
25	13.02.2021 21:17:16	РВ-2-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-41-		
26	14.02.2021 9:29:55	РВ-1-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 21-17-		
27	14.02.2021 10:05:23	РВ-1-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-14 09:29-		

C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\chromatograms\2021-02-15 17-15-59 0065.chrx

Открыть Отмена

1а. При создании нового проекта, переместите в него необходимые хроматограммы

The screenshot displays a software interface with a top toolbar containing icons for file operations and analysis. The main window is titled "Открыть хроматограмму" and shows a list of chromatograms under the heading "Хроматограммы". A "Новый проект" (New Project) dialog box is open, with the following fields and options:

- 1. A red box highlights the "Новый проект" icon in the top-left corner of the main window.
- 2. A red box highlights the "Новый проект" text in the "Название проекта" (Project Name) field.
- 3. A red box highlights the "Применить" (Apply) button at the bottom right of the dialog box.

Simultaneously, a Windows File Explorer window titled "Новый проект" is open, showing the contents of the new project folder. The address bar shows the path "C:\Analytic 3\Projects\Новый проект". The file list contains the following items:

Имя	Дата изменения	Тип	Разме
Быстрый доступ			
Этот компьютер			
Сеть			
.chromatograms	24.02.2021 11:59	Папка с файлами	
.config	24.02.2021 11:59	Папка с файлами	
.methods	24.02.2021 11:59	Папка с файлами	

4. A red box highlights the address bar path "C:\Analytic 3\Projects\Новый проект".

5. A red box highlights the ".chromatograms" folder in the file list.

At the bottom of the main window, the status bar shows the file path "C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\.chromatograms\2021-02-15 17-15-59 0065.chrx" and buttons for "Открыть" (Open) and "Отмена" (Cancel).

2. Выберите первую градуировочную хроматограмму

1

Метод Отчёт Расчёт Название пробы РС-3-1 Редактор градуировки

Открыть хроматограмму

Хроматограммы ..внутренний стандарт

2 Абсолютная градуировка (внешний стандарт)

3

Номер	Дата и время	Проба	Оператор	Назначение	Объём	Метод	Комментарии	Брак
3	12.02.2021 15:11:25	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 14-35-		
4	12.02.2021 15:47:01	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 15-11-		
5	12.02.2021 16:27:49	РС-3-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 15-47-		
6	12.02.2021 17:03:23	РС-3-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 16-27-		
7	12.02.2021 17:38:58	РС-3-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-03-		
8	12.02.2021 18:11:31	РС-3-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-38-		
9	12.02.2021 18:47:06	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-11-		
10	13.02.2021 12:24:39	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-47-		
11	13.02.2021 13:00:10	РС-2-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 12-24-		
12	13.02.2021 13:35:39	РС-2-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-00-		
13	13.02.2021 14:11:07	РС-2-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-35-		
14	13.02.2021 14:46:35	РС-1-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-11-		
15	13.02.2021 15:22:08	РС-1-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-46-		
16	13.02.2021 15:57:40	РС-1-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-22-		
17	13.02.2021 16:33:11	РС-1-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-57-		
18	13.02.2021 17:08:41	РВ-3-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 16-33-		
19	13.02.2021 17:44:10	РВ-3-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-08-		
20	13.02.2021 18:19:41	РВ-3-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-44-		
21	13.02.2021 18:55:12	РВ-3-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-19-		
22	13.02.2021 19:30:42	РВ-2-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-55-		
23	13.02.2021 20:06:13	РВ-2-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 19-30-		
24	13.02.2021 20:41:45	РВ-2-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-06-		
25	13.02.2021 21:17:16	РВ-2-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-41-		
26	14.02.2021 9:29:55	РВ-1-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 21-17-		
27	14.02.2021 10:05:23	РВ-1-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-14 09:29-		

C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\chromatograms\2021-02-15 17-15-59 0065.chrx

4 Открыть Отмена

ПИД	Уровень	Уровень	Уровень	Уровень
ПИД-1	10.917	5.000	Y = K ₁ ·X	
ПИД-1	14.919	5.000	Y = K ₁ ·X	
ПИД-1	17.472	5.000	Y = K ₁ ·X	
ПИД-1	28.643	5.000	Y = K ₁ ·X	

2а. При необходимости, задайте назначение хроматограмме через вкладку «Паспорт»

1 Паспорт

Режим

Каналы

Компоненты

Обработка

Градуировка

Результат

Настройка отчёта

Групповые операции

Контроль сходимости

Расчёт средних

Паспорт

№ 5

Название пробы РС-3-1

Назначение 2 Градуировка

Дата и время анализа Анализ

Объём Градуировка

Разведение Контрольный образец

Оператор Нулевая линия
Евгении

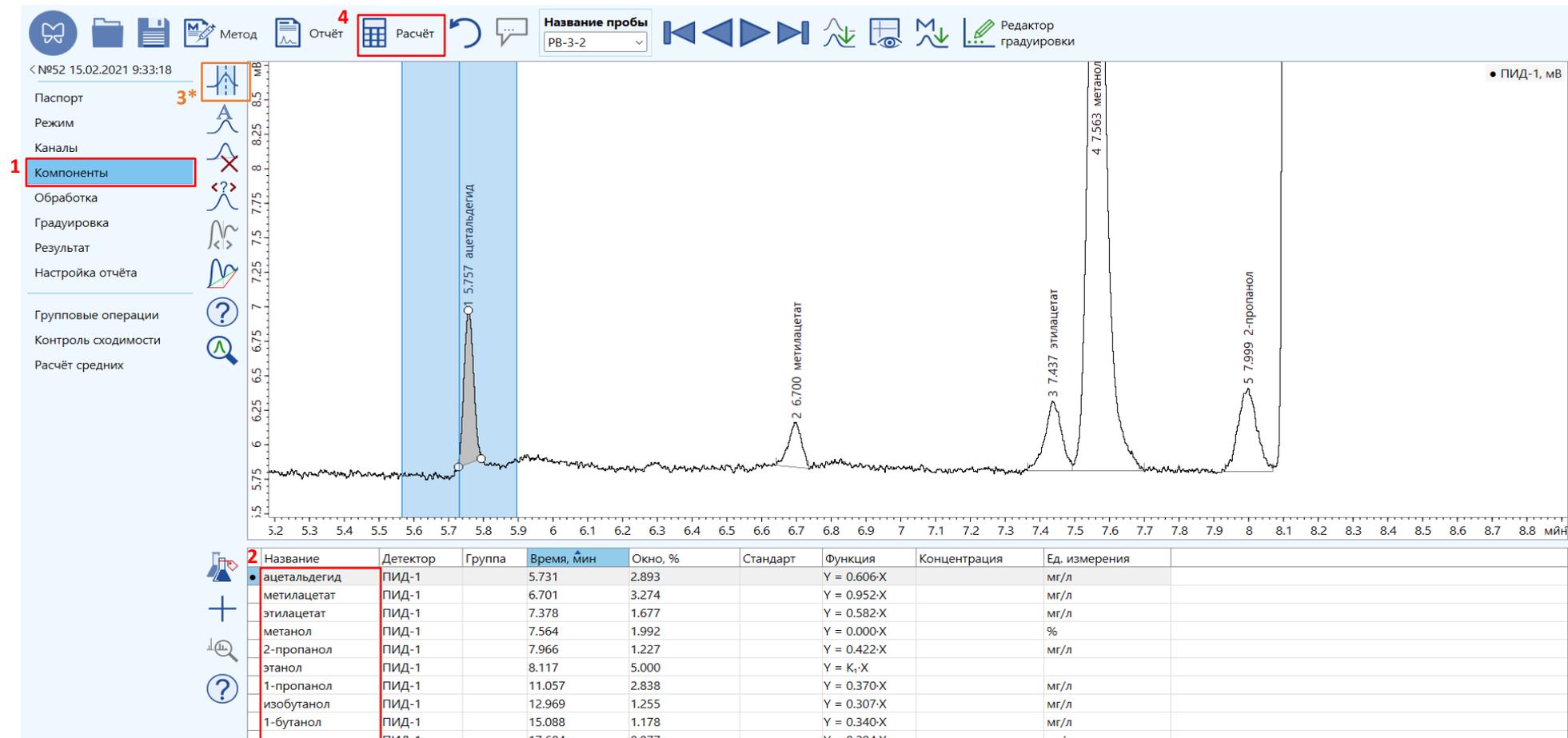
Колонка

Комментарии

Название	Детектор	Группа	Время, мин
•	ПИД-1		5.285
	ПИД-1		5.681
	ПИД-1		6.609
	ПИД-1		7.347
	ПИД-1		7.457
	ПИД-1		7.885
	ПИД-1		8.019
	ПИД-1		10.917
	ПИД-1		14.919
	ПИД-1		17.472
	ПИД-1		28.643

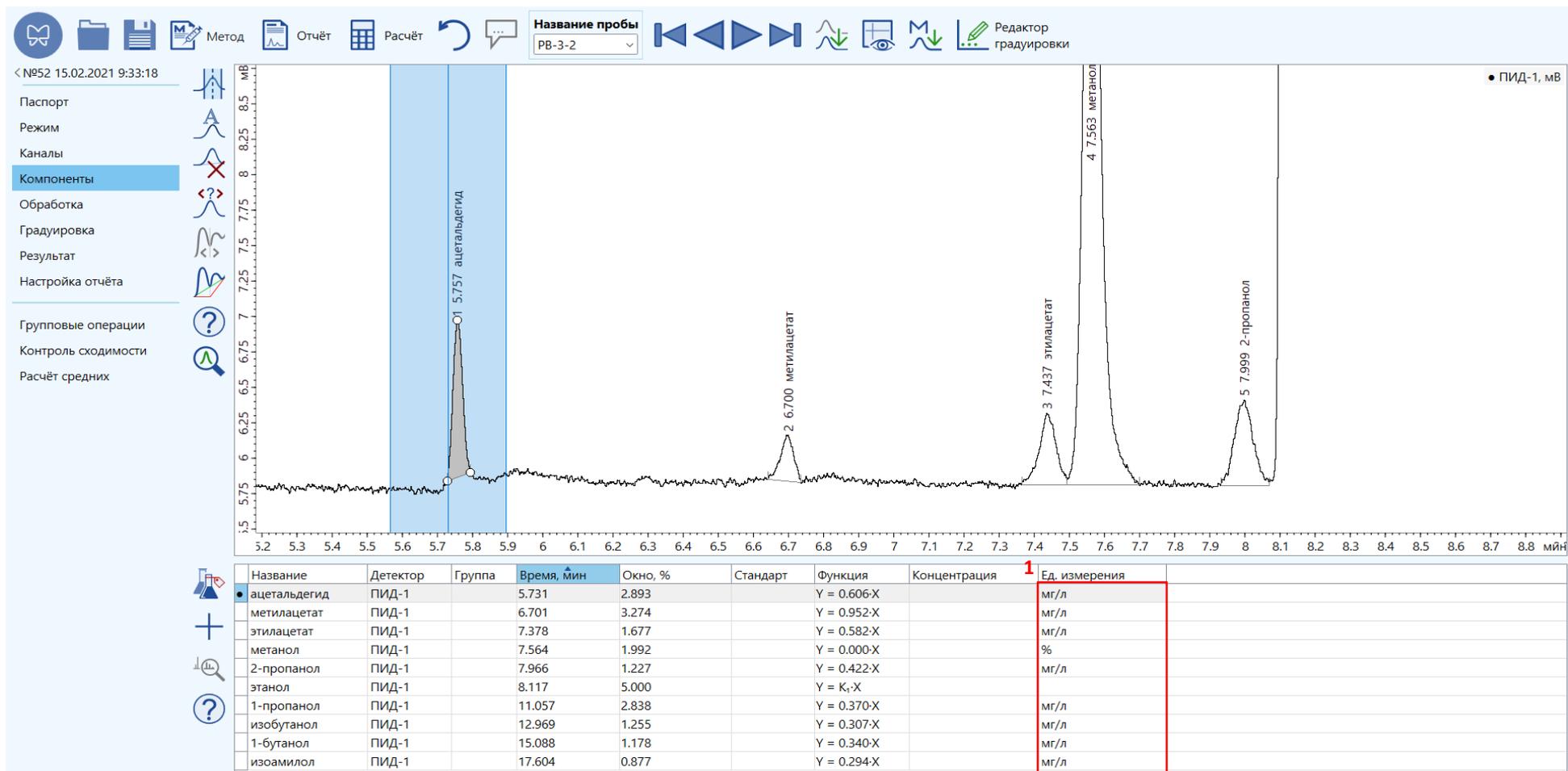
Настройка Паспорт как в предыдущей Закреть

3. Проведите идентификацию пиков, редактирование границ пиков и маркеров* (* – опционально)



После каждого изменения, связанного с границами пиков и маркеров, нажмите «Расчёт» для обновления результатов

4. Укажите единицы измерения



5. Задайте формулу для пересчёта на абсолютный спирт

The screenshot displays the software interface for chromatography data analysis. The main window shows a chromatogram with peaks and a table of results. A 'Formula Editor' dialog box is open, allowing the user to define a formula for calculating absolute alcohol content. The formula entered is $\{Calculation.Concentration.Value\}/0.4$. The 'Apply to all' button is highlighted with a red box and the number 6. The table below the dialog shows the formula being applied to multiple rows, with the first row highlighted by a red box and the number 4. The 'Formula: Expression' option is selected in the context menu, highlighted with a red box and the number 3. The 'Show hidden columns' option is also highlighted with a red box and the number 1. The 'Ctrl+F' shortcut is highlighted with a red box and the number 2. The 'Calculate' button in the top toolbar is highlighted with a red box and the number 7.

Название	Детектор	Группа	Формула 0
ацетальдегид	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
метилацетат	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
этилацетат	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
метанол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
2-пропанол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
этанол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
1-пропанол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
изобутанол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
1-бутанол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4
изоамилол	ПИД-1		{Calculation.Concentration.Value}/0.4

Коэффициент пересчёта составляет 0,4 для проб с объемной долей этилового спирта (крепостью) 40%. При анализе проб с крепостью, равной крепости градуировочного раствора, формула устанавливается единообразно в параметре метода для автоматической обработки, при различии крепостей проб и градуировочного раствора – для каждой такой пробы формулу с соответствующими коэффициентами необходимо устанавливать вручную

5а. Отобразите пересчёт во вкладке «Результат»

Введите новое имя столбца

Новое имя для столбца "Формула"

Концентрация в АА

Применить Отмена

Формула: Результат 0

Формула: Результат 1

Формула: Результат 2

Формула: Результат 3

Формула: Результат 4

Формула: Результат 5

Формула: Результат 6

Формула: Результат 7

Формула: Результат 8

Формула: Результат 9

Формула: Результат

Нет

Количество

Сумма

Мин

Макс

Среднее

Выделение по условию

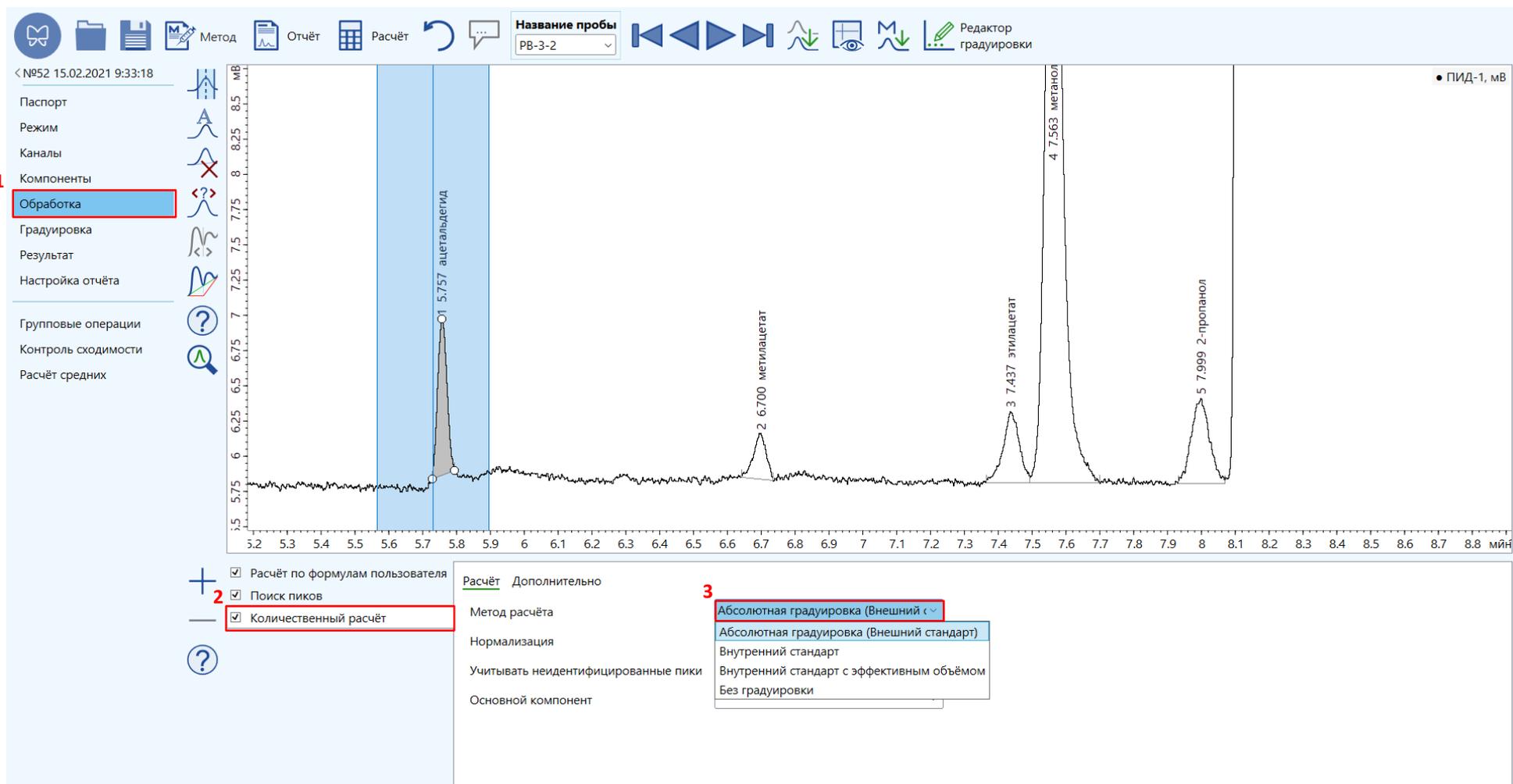
Скрыть

Переименовать

Название	Группа	Время, мин	Детектор	Концентрация	Ед. измерения	Площадь	Высота	Формула: Результат 0
• ацетальдегид		5.757	ПИД-1	1.060	мг/л	2.098	1.107	2.650
метилацетат		6.700	ПИД-1	0.920	мг/л	0.841	0.323	2.300
этилацетат		7.437	ПИД-1	0.900	мг/л	1.683	0.505	2.250
метанол		7.563	ПИД-1	0.002	%	19.026	5.604	0.005
2-пропанол		7.999	ПИД-1	1.250	мг/л	2.239	0.604	3.125
1-пропанол		11.059	ПИД-1	0.800	мг/л	1.617	0.354	2.000
изобутанол		12.956	ПИД-1	0.800	мг/л	1.902	0.407	2.000
1-бутанол		15.077	ПИД-1	0.810	мг/л	1.736	0.373	2.025
изоамилол		17.591	ПИД-1	0.810	мг/л	1.985	0.407	2.025

Рекомендуется переименовать столбец пользовательской формулы для пересчёта на абсолютный спирт, задав ему соответствующее название.

6. Установите расчёт через внутренний стандарт



Во вкладке «Дополнительно» установите галочку напротив пункта «Градуировка в относительных осях при использовании стандарта»

7. Установите градуировочные уровни, задайте уровень данной хроматограммы

1 Градуировка

2

3

4

5

Название	Детектор	Время, мин	К	нет	Уровень 1	Уровень 2	Уровень 3
ацетальдегид	ПИД-1	5.731	1	1	9.6	4.9	1.06
метилацетат	ПИД-1	6.701	0	2	9.2	4.6	0.92
этилацетат	ПИД-1	7.378	0	3	9	4.5	0.9
метанол	ПИД-1	7.564	0.0021		0.011	0.0061	0.0021
2-пропанол	ПИД-1	7.966	1.25		7.9	4.2	1.25
этанол	ПИД-1	8.117			0	0	0
1-пропанол	ПИД-1	11.057	0.8		8	4	0.8
изобутанол	ПИД-1	12.969	0.8		8	4	0.8
1-бутанол	ПИД-1	15.088	0.81		8.1	4	0.81
изоамилол	ПИД-1	17.604	0.81		8.1	4	0.81

8. Задайте параметры* отчёта в «Настройках отчёта» (* – опционально)

Скриншот интерфейса программы, отображающий настройки отчёта. В меню «Настройка отчёта» (выделено красным) и «Данные» (выделено оранжевым) отмечены пункты, связанные с настройками. В основной области видны следующие параметры:

- Название отчёта: Отчёт анализа
- Шаблон: Стандартный (кнопка «Клонировать»)
- Действие: Предпросмотр
- Ориентация: Книжная
- Номер протокола: [пустое поле]
- Лаборатория: [пустое поле]
- Тип штрихкода: IntelligentMail
- Сохранить в формате: Pdf
- Имя файла: %ReportDate%
- Высота хроматограммы, см: 10
- Разделить хроматограммы на секции, мин: -
- Все видимые каналы на одном графике:
- Показать диагностические каналы:

* Отображения результатов пересчета концентраций летучих компонентов в анализируемой пробе на абсолютный спирт в итоговом отчёте можно добиться, установив галочку напротив соответствующей формулы в пункте «Данные» → «Результаты анализа»

9. Обработайте следующую градуировочную хроматограмму опцией «Обработать по предыдущей»

The screenshot shows the software interface for processing chromatograms. On the left, a sidebar menu has 'Паспорт' (Passport) highlighted with a red box (1). The main window displays a chromatogram with peaks labeled 1 through 6. A toolbar at the top contains a 'Previous' button (2) highlighted with a red box. A 'Passport' dialog box is open, showing various parameters. The 'Градуировочный уровень' (Calibration level) dropdown is set to 2 and is highlighted with a red box (3). Below the dialog, a table lists the identified peaks:

Название	Детектор	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт
ацетальдегид	ПИД-1	ацетальдегид	5.731	3.822	
метилацетат	ПИД-1	метилацетат	6.701	3.274	
этилацетат	ПИД-1	этилацетат	7.378	1.677	
метанол	ПИД-1	метанол	7.564	1.992	

Во вкладке «Паспорт» в графе «Градуировочный уровень» установите соответствующий градуировочный уровень градуировочной

хроматограммы. При отсутствии такой графы, отобразите ее следующим образом: вызовите меню настроек с помощью комбинации клавиш **Ctrl+Alt+S** → «Настройки проекта» → «Паспорт» → установите галочку напротив графы «Градуировочный уровень»

10. Способом, аналогичным п. 9, обработайте измерения остальных градуировочных растворов и укажите их градуировочные уровни

11. Сохраните метод на последней градуировочной хроматограмме

1

2

Метод

Отчёт

Расчёт

Название пробы: РВ-2-1

Редактор градуировки

№55 15.02.2021 1

Открыть

Обработать по методу

Сохранить как...

Добавить в избранное

Удалить из избранного

Паспорт

Режим

Каналы

Компоненты

Обработка

Градуировка

Результат

Настройка отчёта

Групповые операции

Контроль сходимости

Расчёт средних

27.5

25

22.5

20

17.5

15

12.5

10

7.5

1

2

3

4

5

6

7

8

9

10

11

12

13

14

15

16

17

18

19

20

21

22

23

24

25

26

27

28

29

мин

1 5.747 ацетальдегид

2 6.687 метилацетат

3 7.427 этилацетат

4 7.547 метанол

5 7.989 2-пропанол

6 11.043 1-пропанол

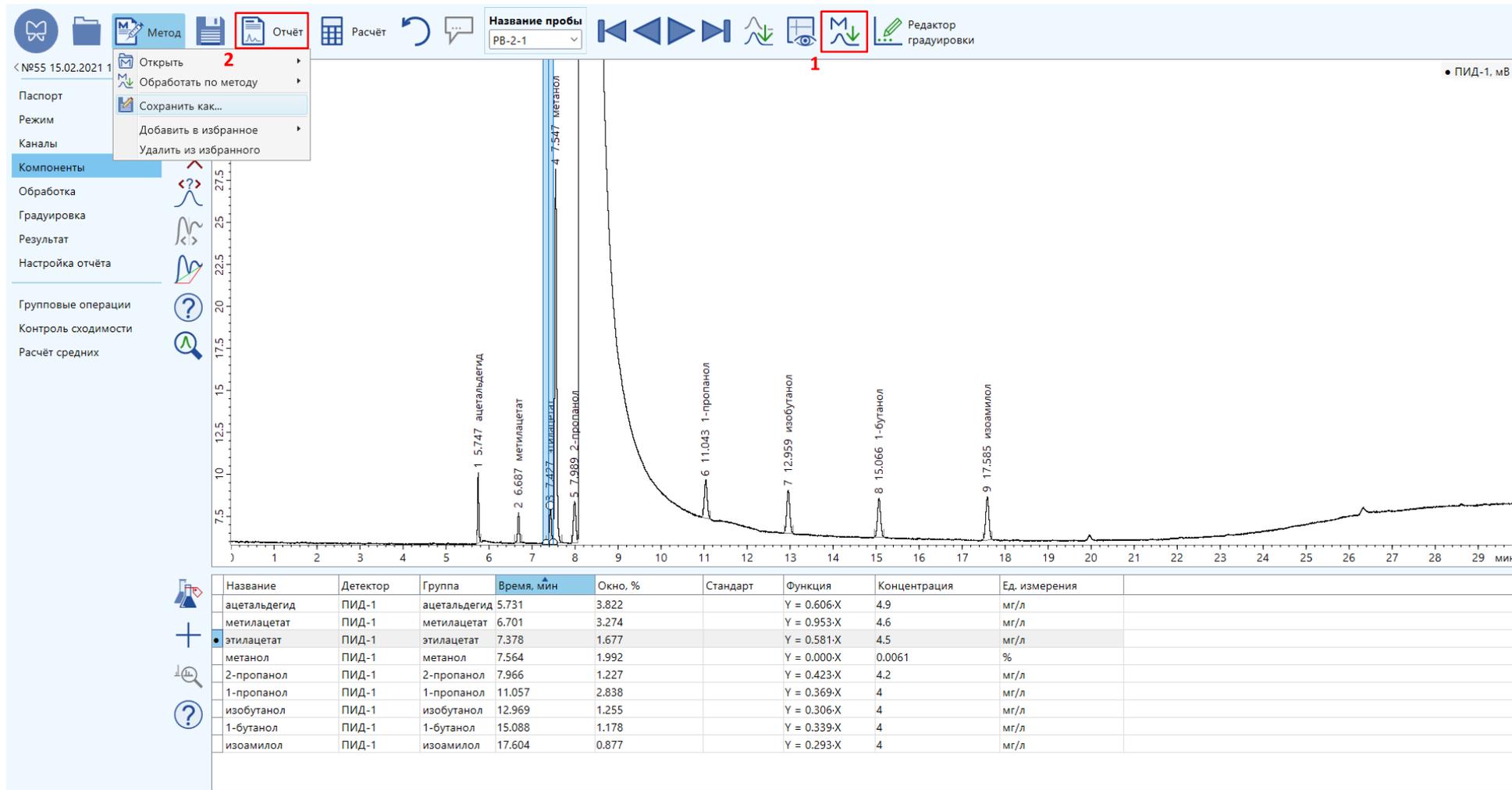
7 12.959 изобутанол

8 15.066 1-бутанол

9 17.585 изоамилол

Название	Детектор	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
ацетальдегид	ПИД-1	ацетальдегид	5.731	3.822		$Y = 0.606 \cdot X$	4.9	мг/л
метилацетат	ПИД-1	метилацетат	6.701	3.274		$Y = 0.953 \cdot X$	4.6	мг/л
этилацетат	ПИД-1	этилацетат	7.378	1.677		$Y = 0.581 \cdot X$	4.5	мг/л
метанол	ПИД-1	метанол	7.564	1.992		$Y = 0.000 \cdot X$	0.0061	%
2-пропанол	ПИД-1	2-пропанол	7.966	1.227		$Y = 0.423 \cdot X$	4.2	мг/л
1-пропанол	ПИД-1	1-пропанол	11.057	2.838		$Y = 0.369 \cdot X$	4	мг/л
изобутанол	ПИД-1	изобутанол	12.969	1.255		$Y = 0.306 \cdot X$	4	мг/л
1-бутанол	ПИД-1	1-бутанол	15.088	1.178		$Y = 0.339 \cdot X$	4	мг/л
изоамилол	ПИД-1	изоамилол	17.604	0.877		$Y = 0.293 \cdot X$	4	мг/л

12. Произведите расчёт анализируемых хроматограмм по методу и создайте отчёт



Отчёт анализа

Паспорт хроматограммы

Оператор: Евгений
Хроматограмма: №60 2021-02-15 14:18:02
Файл: C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\chromatograms\2021-02-15 14-18-02 0060.chrx
Хроматограф: Кристалл 2000M №: 00001111 Версия прошивки: v3.00.14.018
Метод: C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\methods\Абсолютная градуировка (внешний стандарт).mthx
Проба: РВ-1-1
Объем пробы: 1

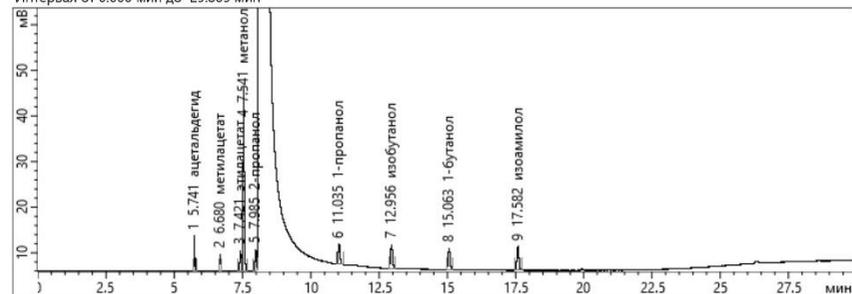
Результат анализа

Компонент	Время (мин)	Площадь (мВ*с)	Концентрация Ед. измер.	Концентрация в АА	Детектор
ацетальдегид	5.741	15.239	9 мг/л	22.5	ПИД-1
метилацетат	6.680	9.552	9.03 мг/л	22.6	ПИД-1
этилацетат	7.421	15.103	8.65 мг/л	21.6	ПИД-1
метанол	7.541	127.238	0.0106 %	0.0264	ПИД-1
2-пропанол	7.985	18.186	7.56 мг/л	18.9	ПИД-1
1-пропанол	11.035	20.880	7.56 мг/л	18.9	ПИД-1
изобутанол	12.956	25.725	7.84 мг/л	19.6	ПИД-1
1-бутанол	15.063	23.057	7.68 мг/л	19.2	ПИД-1
изоамилол	17.582	26.570	7.64 мг/л	19.1	ПИД-1

Хроматограмма

пид-1

Интервал от 0.000 мин до 29.869 мин



Оператор: Евгений
Отчет создан: 2021-06-21 01:39:12

Страница 1 из 1

Отчёт анализа

Паспорт хроматограммы

Оператор: Евгений
Хроматограмма: №60 2021-02-15 14:18:02
Файл: C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\chromatograms\2021-02-15 14-18-02 0060.chrx
Хроматограф: Кристалл 2000M №: 00001111 Версия прошивки: v3.00.14.018
Метод: C:\Analytic 3\Projects\Абсолютная градуировка (внешний стандарт)\methods\Абсолютная градуировка (внешний стандарт).mthx
Проба: РВ-1-1
Объем пробы: 1

Результат анализа

Компонент	Время (мин)	Площадь (мВ*с)	Концентрация Ед. измер.	Концентрация в АА	Детектор
ацетальдегид	5.741	15.239	9 мг/л	22.5	ПИД-1
метилацетат	6.680	9.552	9.03 мг/л	22.6	ПИД-1
этилацетат	7.421	15.103	8.65 мг/л	21.6	ПИД-1
метанол	7.541	127.238	0.0106 %	0.0264	ПИД-1
2-пропанол	7.985	18.186	7.56 мг/л	18.9	ПИД-1
1-пропанол	11.035	20.880	7.56 мг/л	18.9	ПИД-1
изобутанол	12.956	25.725	7.84 мг/л	19.6	ПИД-1
1-бутанол	15.063	23.057	7.68 мг/л	19.2	ПИД-1
изоамилол	17.582	26.570	7.64 мг/л	19.1	ПИД-1

**Анализ алкогольных напитков методом
«Этанол – внутренний стандарт»**

1. Выберите проект или создайте новый

Открыть хроматограмму

Хроматограммы ..нутренний стандарт

Номер	Дата и время	Проба	Оператор	Назначение	Объем	Метод	Комментарии	Брак
3	12.02.2021 15:11:25	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 14-35-		
4	12.02.2021 15:47:01	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 15-11-		
5	12.02.2021 16:27:49	РС-3-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 15-47-		
6	12.02.2021 17:03:23	РС-3-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 16-27-		
7	12.02.2021 17:38:58	РС-3-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-03-		
8	12.02.2021 18:11:31	РС-3-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-38-		
9	12.02.2021 18:47:06	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-11-		
10	13.02.2021 12:24:39	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-47-		
11	13.02.2021 13:00:10	РС-2-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 12-24-		
12	13.02.2021 13:35:39	РС-2-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-00-		
13	13.02.2021 14:11:07	РС-2-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-35-		
14	13.02.2021 14:46:35	РС-1-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-11-		
15	13.02.2021 15:22:08	РС-1-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-46-		
16	13.02.2021 15:57:40	РС-1-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-22-		
17	13.02.2021 16:33:11	РС-1-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-57-		
18	13.02.2021 17:08:41	РВ-3-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 16-33-		
19	13.02.2021 17:44:10	РВ-3-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-08-		
20	13.02.2021 18:19:41	РВ-3-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-44-		
21	13.02.2021 18:55:12	РВ-3-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-19-		
22	13.02.2021 19:30:42	РВ-2-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-55-		
23	13.02.2021 20:06:13	РВ-2-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 19-30-		
24	13.02.2021 20:41:45	РВ-2-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-06-		
25	13.02.2021 21:17:16	РВ-2-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-41-		
26	14.02.2021 9:29:55	РВ-1-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 21-17-		
27	14.02.2021 10:05:23	РВ-1-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-14 09:29-		

C:\Analytic 3\Projects\Внутренний стандарт\chromatograms\2021-02-12 16-27-49 0005.chrx

Открыть Отмена

1а. При создании нового проекта, переместите в него необходимые хроматограммы

The screenshot illustrates the process of creating a new project and moving necessary chromatograms into it. The interface includes a top toolbar with icons for file operations and a main workspace with a table of chromatograms.

1 Click the 'New Project' icon (a folder with a plus sign) in the left sidebar.

2 In the 'Создание проекта' (Create Project) dialog box, enter 'Новый проект' in the 'Название проекта' (Project Name) field.

3 Click the 'Применить' (Apply) button in the dialog box.

4 In the file explorer window, navigate to the path 'C:\Analytic 3\Projects\Новый проект'.

5 Select the folder '.chromatograms' in the file list.

Имя	Дата изменения	Тип	Разме
.chromatograms	24.02.2021 11:59	Папка с файлами	
.config	24.02.2021 11:59	Папка с файлами	
.methods	24.02.2021 11:59	Папка с файлами	

2. Выберите первую градуировочную хроматограмму

1

Метод Отчёт Расчёт Название пробы РС-3-1 Редактор градуировки

Открыть хроматограмму

Хроматограммы ..внутренний стандарт

2

3

Номер	Дата и время	Проба	Оператор	Назначение	Объём	Метод	Комментарии	Брак
3	12.02.2021 15:11:25	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 14-35-		
4	12.02.2021 15:47:01	Спирт (для промь	Евгений	Анализ	1	2021-02-12 15-11-		
5	12.02.2021 16:27:49	РС-3-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 15-47		
6	12.02.2021 17:03:23	РС-3-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 16-27-		
7	12.02.2021 17:38:58	РС-3-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-03-		
8	12.02.2021 18:11:31	РС-3-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 17-38-		
9	12.02.2021 18:47:06	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-11-		
10	13.02.2021 12:24:39	РС-2-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-12 18-47-		
11	13.02.2021 13:00:10	РС-2-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 12-24-		
12	13.02.2021 13:35:39	РС-2-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-00-		
13	13.02.2021 14:11:07	РС-2-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 13-35-		
14	13.02.2021 14:46:35	РС-1-1	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-11-		
15	13.02.2021 15:22:08	РС-1-2	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 14-46-		
16	13.02.2021 15:57:40	РС-1-3	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-22-		
17	13.02.2021 16:33:11	РС-1-4	Евгений	Градуировка	1	2021-02-13 15-57-		
18	13.02.2021 17:08:41	РВ-3-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 16-33-		
19	13.02.2021 17:44:10	РВ-3-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-08-		
20	13.02.2021 18:19:41	РВ-3-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 17-44-		
21	13.02.2021 18:55:12	РВ-3-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-19-		
22	13.02.2021 19:30:42	РВ-2-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 18-55-		
23	13.02.2021 20:06:13	РВ-2-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 19-30-		
24	13.02.2021 20:41:45	РВ-2-3	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-06-		
25	13.02.2021 21:17:16	РВ-2-4	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 20-41-		
26	14.02.2021 9:29:55	РВ-1-1	Евгений	Анализ	1	2021-02-13 21-17-		
27	14.02.2021 10:05:23	РВ-1-2	Евгений	Анализ	1	2021-02-14 09-29-		

4

Открыть Отмена

C:\Analytic 3\Projects\Внутренний стандарт\chromatograms\2021-02-12 16-27-49 0005.chrx

ПИД	Уровень	Объём	Уравнение
ПИД-1	10.917	5.000	$Y = K_1 \cdot X$
ПИД-1	14.919	5.000	$Y = K_1 \cdot X$
ПИД-1	17.472	5.000	$Y = K_1 \cdot X$
ПИД-1	28.643	5.000	$Y = K_1 \cdot X$

2а. При необходимости, задайте назначение хроматограмме через вкладку «Паспорт»

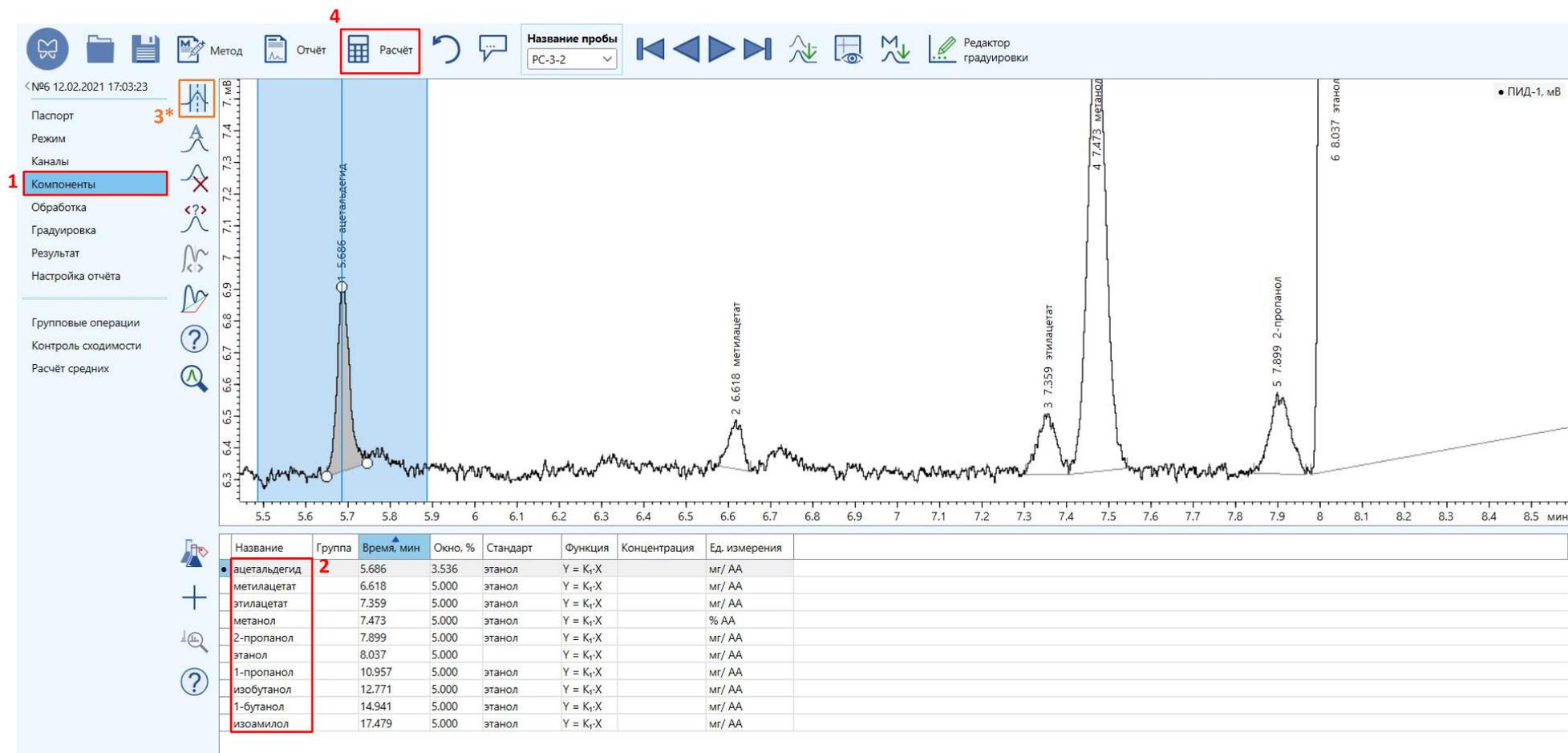
1 Паспорт

2 Градуировка

Название	Детектор	Группа	Время, мин
•	ПИД-1		5.285
	ПИД-1		5.681
	ПИД-1		6.609
	ПИД-1		7.347
	ПИД-1		7.457
	ПИД-1		7.885
	ПИД-1		8.019
	ПИД-1		10.917
	ПИД-1		14.919
	ПИД-1		17.472
	ПИД-1		28.643

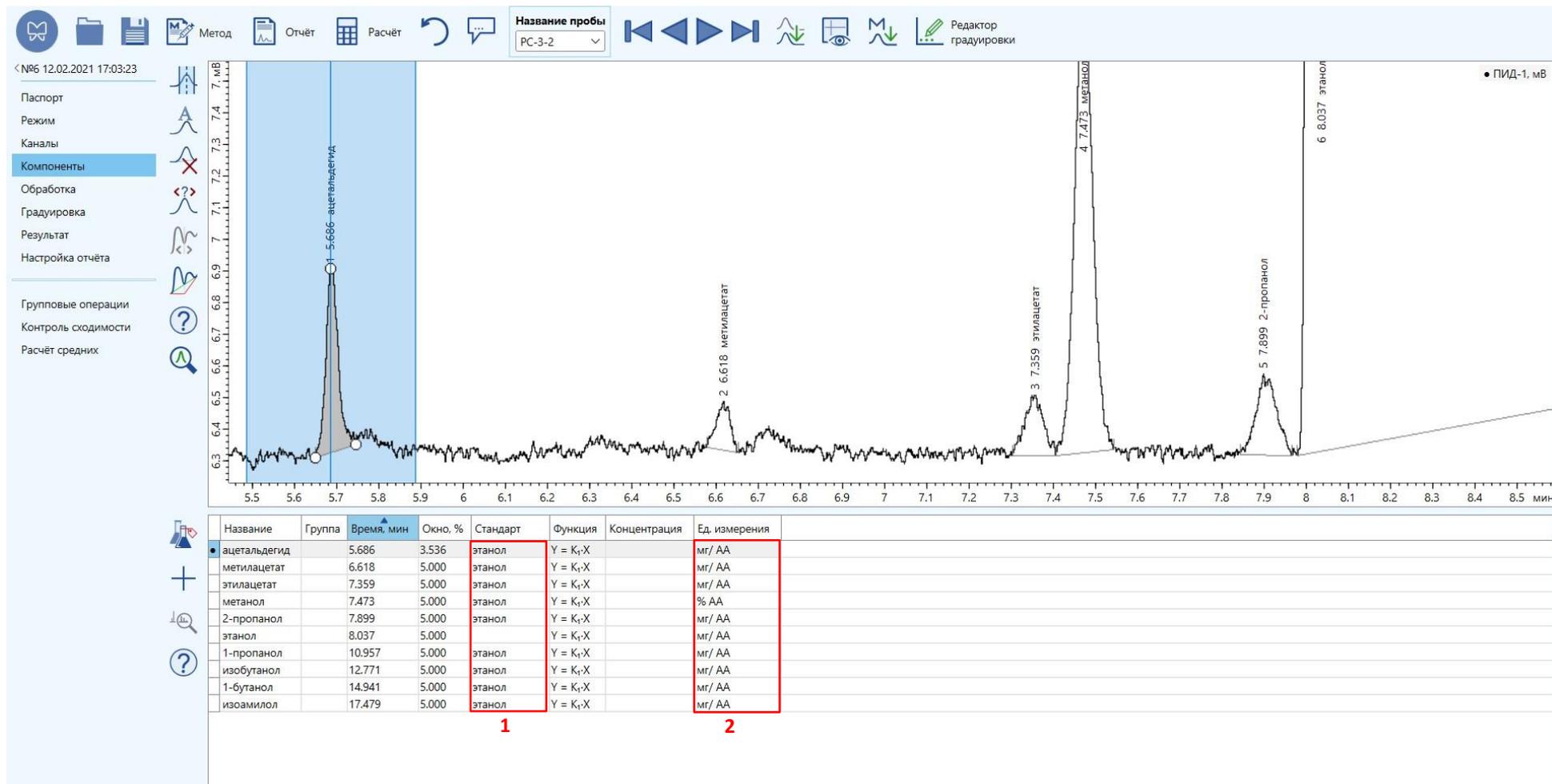
Настройка | Паспорт как в предыдущей | Закрывать

3. Проведите идентификацию пиков, редактирование границ пиков и маркеров* (* – опционально)



После каждого изменения, связанного с границами пиков и маркеров, нажмите «Расчёт» для обновления результатов

4. Укажите единицы измерения и стандарт (этанол)



Для компонента «этанол» поле «Стандарт» должно оставаться пустым!

5. Установите расчёт через внутренний стандарт

The screenshot displays a chromatography software interface. At the top, there is a toolbar with icons for file operations, calculation, and editing. Below the toolbar, a sidebar on the left contains a menu with options like 'Обработка' (Processing), 'Градуировка' (Calibration), and 'Результат' (Result). The main area shows a chromatogram with several peaks labeled with retention times and chemical names: 1. 5.686 ацетальдегид, 2. 6.618 метилацетат, 3. 7.359 этилацетат, 4. 7.473 метанол, 5. 7.899 2-пропанол, 6. 8.037 этанол, 7. 10.957 1-пропанол, 8. 12.771 изобутанол, 9. 14.941 1-бутанол, 10. 17.479 изоамилол. Below the chromatogram, there are two panels for calculation settings. The first panel, 'Расчёт', has 'Количественный расчёт' checked. The second panel, 'Дополнительно', has 'Внутренний стандарт' selected in a dropdown menu. A third panel, 'Расчёт', has 'Дополнительно' selected in a dropdown menu. In this panel, the checkbox 'Градуировка в относительных осях при использовании стандарта' is checked.

1 Обработка

2 Количественный расчёт

3 Внутренний стандарт

4 Дополнительно

5 Градуировка в относительных осях при использовании стандарта

Во вкладке «Дополнительно» установите галочку напротив пункта «Градуировка в относительных осях при использовании стандарта»

6. Установите градуировочные уровни, задайте уровень данной хроматограммы

1 Градуировка

2

3

4

5

Название	Детектор	Время, мин	Уровень 1	Уровень 2	Уровень 3
ацетальдегид	ПИД-1	5.686	9.6875	4.6875	1.0625
метилацетат	ПИД-1	6.618	9.583333333	4.791666667	0.958333333
этилацетат	ПИД-1	7.359	9.375	4.6875	0.9375
метанол	ПИД-1	7.473	0.010416667	0.005208333	0.00125
2-пропанол	ПИД-1	7.899	9.166666667	4.791666667	1.354166667
этанол	ПИД-1	8.037	789300	789300	789300
1-пропанол	ПИД-1	10.957	0.833333333	4.166666667	0.833333333
изобутанол	ПИД-1	12.771	0.833333333	4.166666667	0.833333333
1-бутанол	ПИД-1	14.941	0.84375	4.166666667	0.84375
изоамилол	ПИД-1	17.479	0.84375	4.166666667	0.84375

Паспорта градуировочных растворов заранее пересчитываются на безводный спирт (АА), путём деления соответствующих значений паспортных концентраций летучих компонентов в этих растворах на объёмную долю этилового спирта в них: 0,40 и 0,96 для образцов типа РВ и РС соответственно

Паспортная концентрация этанола для всех градуировочных уровней равна 789300 мг/л АА

7. Задайте параметры* отчёта в «Настройках отчёта» (* – опционально)

1

Метод Отчёт Расчёт Название пробы РС-3-1 Редактор градуировки

< №6 12.02.2021 17:03:23

Отчёт Данные

Паспорт

Режим

Каналы

Компоненты

Обработка

Градуировка

Результат

Настройка отчёта

Групповые операции

Контроль сходимости

Расчёт средних

XLS

HTM

CSV

Название отчёта: Отчёт анализа

Шаблон: Стандартный Клонировать

Действие: Предпросмотр

Ориентация: Книжная

Номер протокола:

Лаборатория:

Тип штрихкода: IntelligentMail

Сохранить в формате Pdf

Имя файла: %ReportDate%

Высота хроматограммы, см: 10

Разделить хроматограммы на секции, мин: -

Все видимые каналы на одном графике:

Показать диагностические каналы:

8. Обработайте следующую градуировочную хроматограмму опцией «Обработать по предыдущей»

1

2

3

Название	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентр
ацетальдегид		5.686	3.536	этанол	$Y = 0.000 \cdot X + 4.6875$	
метилацетат		6.618	5.000	этанол	$Y = 0.000 \cdot X + 4.7916666$	
этилацетат		7.359	5.000	этанол	$Y = 0.000 \cdot X + 4.6875$	
метанол		7.473	5.000	этанол	$Y = 0.000 \cdot X + 0.0052083$	
2-пропанол		7.899	5.000	этанол	$Y = 0.000 \cdot X + 4.7916666$	
этанол		8.037	5.000		$Y = 1.858 \cdot X + 789300$	
1-пропанол		10.957	5.000	этанол	$Y = 0.000 \cdot X + 4.1666666$	

Во вкладке «Паспорт» в графе «Градуировочный уровень» установите соответствующий уровень градуировочной хроматограммы. При отсутствии такой графы, отобразите ее следующим образом: вызовите меню настроек с помощью комбинации клавиш **Ctrl+Alt+S** → «Настройки проекта» → «Паспорт» → установите галочку напротив пункта «Градуировочный уровень»

9. Способом, аналогичным п. 8, обработайте измерения остальных градуировочных растворов и укажите их градуировочные уровни

10. Сохраните метод на последней градуировочной хроматограмме

1

2

Название пробы: РС-1-3

ПАСПОРТ
РЕЖИМ
КАНАЛЫ
КОМПОНЕНТЫ
ОБРАБОТКА
ГРАДУИРОВКА
РЕЗУЛЬТАТ
НАСТРОЙКА ОТЧЁТА
ГРУППОВЫЕ ОПЕРАЦИИ
КОНТРОЛЬ СХОДИМОСТИ
РАСЧЁТ СРЕДНИХ

Открыть
Обработать по методу
Сохранить как...
Добавить в избранное
Удалить из избранного

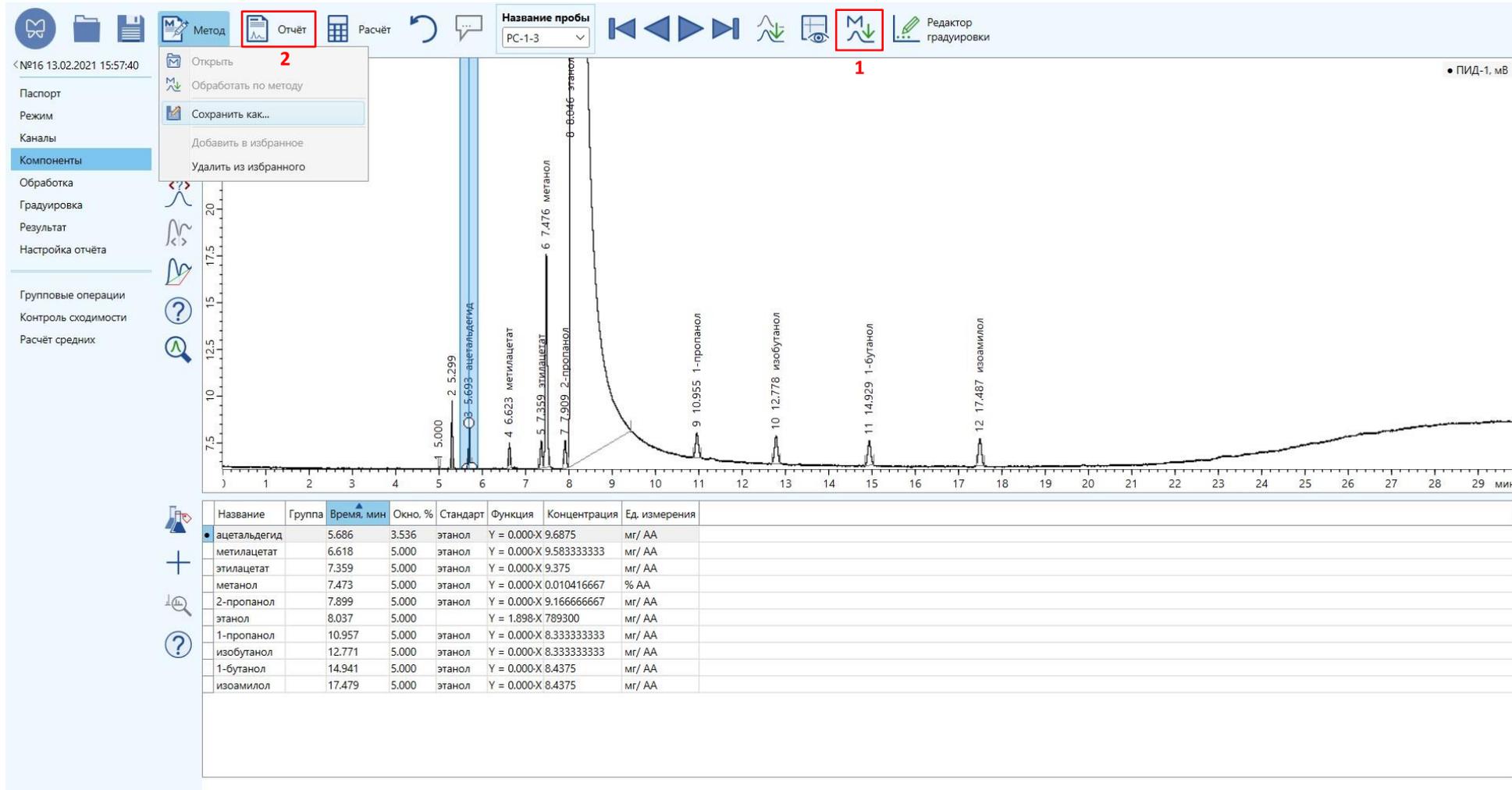
Редатор градуировки

ПАСПОРТ
РЕЖИМ
КАНАЛЫ
КОМПОНЕНТЫ
ОБРАБОТКА
ГРАДУИРОВКА
РЕЗУЛЬТАТ
НАСТРОЙКА ОТЧЁТА
ГРУППОВЫЕ ОПЕРАЦИИ
КОНТРОЛЬ СХОДИМОСТИ
РАСЧЁТ СРЕДНИХ

5.000 2 5.299 3 5.693 ацетальдегид 4 6.623 метилацетат 5 7.359 этилацетат 6 7.476 метанол 7 7.909 2-пропанол 8 8.037 этанол 9 10.955 1-пропанол 10 12.778 изобутанол 11 14.929 1-бутанол 12 17.487 изоамилол

Название	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
ацетальдегид		5.686	3.536	этанол	Y = 0.000-X 9.6875	9.6875	мг/ AA
метилацетат		6.618	5.000	этанол	Y = 0.000-X 9.583333333	9.583333333	мг/ AA
этилацетат		7.359	5.000	этанол	Y = 0.000-X 9.375	9.375	мг/ AA
метанол		7.473	5.000	этанол	Y = 0.000-X 0.010416667	0.010416667	% AA
2-пропанол		7.899	5.000	этанол	Y = 0.000-X 9.166666667	9.166666667	мг/ AA
этанол		8.037	5.000		Y = 1.898-X 789300	789300	мг/ AA
1-пропанол		10.957	5.000	этанол	Y = 0.000-X 8.333333333	8.333333333	мг/ AA
изобутанол		12.771	5.000	этанол	Y = 0.000-X 8.333333333	8.333333333	мг/ AA
1-бутанол		14.941	5.000	этанол	Y = 0.000-X 8.4375	8.4375	мг/ AA
изоамилол		17.479	5.000	этанол	Y = 0.000-X 8.4375	8.4375	мг/ AA

11. Произведите расчёт анализируемых хроматограмм по методу и создайте отчёт



Отчёт анализа

Паспорт хроматограммы

Оператор: Евгений
Хроматограмма: №60 2021-02-15 14:18:02
Файл: C:\Analytic 3\Projects\Этанол - внутренний стандарт\chromatograms\2021-02-15 14-18-02 0060.chrx
Хроматограф: Кристалл 2000M №: 00001111 Версия прошивки: v3.00.14.018
Метод: C:\Analytic 3\Projects\Этанол - внутренний стандарт\methods\Этанол - внутренний стандарт.mthx
Проба: PB-1-1
Объём пробы: 1

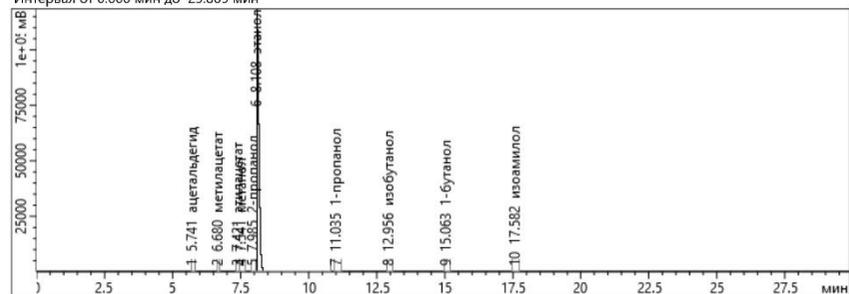
Результат анализа

Компонент	Время (мин)	Площадь (мВ*с)	Высота (мВ)	Концентрация Ед. измер.	Детектор
ацетальдегид	5.741	15.239	7.785	23.4 мг/л АА	ПИД-1
метилацетат	6.680	9.552	3.718	23.6 мг/л АА	ПИД-1
этилацетат	7.421	15.103	4.499	22.5 мг/л АА	ПИД-1
метанол	7.541	127.238	40.098	0.0274 % АА	ПИД-1
2-пропанол	7.985	18.186	4.613	19.7 мг/л АА	ПИД-1
этанол	8.108	595018.216	118263.706	7.89E+05 мг/л АА	ПИД-1
1-пропанол	11.035	20.880	4.381	19.8 мг/л АА	ПИД-1
изобутанол	12.956	25.725	5.157	20.5 мг/л АА	ПИД-1
1-бутанол	15.063	23.057	4.647	20.1 мг/л АА	ПИД-1
изоамилол	17.582	26.570	5.146	20 мг/л АА	ПИД-1

Хроматограмма

ПИД-1

Интервал от 0.000 мин до 29.869 мин



Оператор: Евгений
Отчет создан: 2021-06-21 01:39:58

Страница 1 из 1

Отчёт анализа

Паспорт хроматограммы

Оператор: Евгений
Хроматограмма: №60 2021-02-15 14:18:02
Файл: C:\Analytic 3\Projects\Этанол - внутренний стандарт\chromatograms\2021-02-15 14-18-02 0060.chrx
Хроматограф: Кристалл 2000M №: 00001111 Версия прошивки: v3.00.14.018
Метод: C:\Analytic 3\Projects\Этанол - внутренний стандарт\methods\Этанол - внутренний стандарт.mthx
Проба: PB-1-1
Объём пробы: 1

Результат анализа

Компонент	Время (мин)	Площадь (мВ*с)	Высота (мВ)	Концентрация Ед. измер.	Детектор
ацетальдегид	5.741	15.239	7.785	23.4 мг/л АА	ПИД-1
метилацетат	6.680	9.552	3.718	23.6 мг/л АА	ПИД-1
этилацетат	7.421	15.103	4.499	22.5 мг/л АА	ПИД-1
метанол	7.541	127.238	40.098	0.0274 % АА	ПИД-1
2-пропанол	7.985	18.186	4.613	19.7 мг/л АА	ПИД-1
этанол	8.108	595018.216	118263.706	7.89E+05 мг/л АА	ПИД-1
1-пропанол	11.035	20.880	4.381	19.8 мг/л АА	ПИД-1
изобутанол	12.956	25.725	5.157	20.5 мг/л АА	ПИД-1
1-бутанол	15.063	23.057	4.647	20.1 мг/л АА	ПИД-1
изоамилол	17.582	26.570	5.146	20 мг/л АА	ПИД-1



elab@inp.bsu.by