

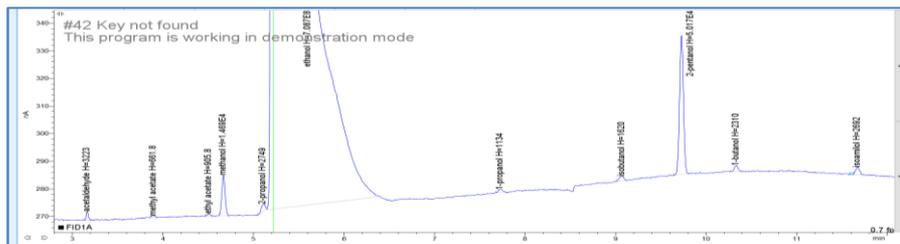


Определение количественного содержания летучих компонентов в этанол содержащей продукции

Проблемы и решения

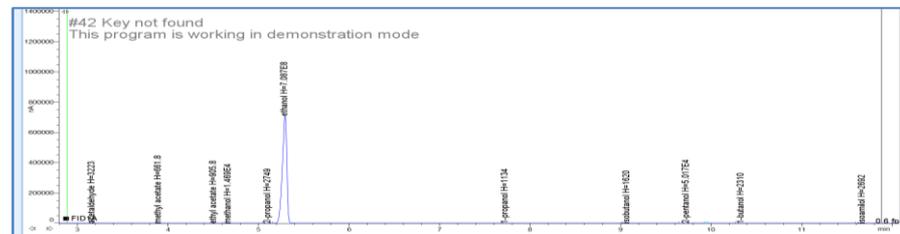
Семинар Белорусского физического общества 22 сентября 2023 года

Линейный масштаб



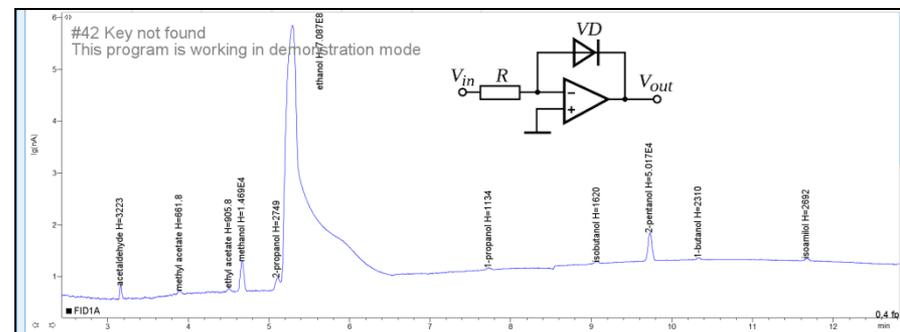
Диапазон усиления «4».

Линейный масштаб



Диапазон усиления «1».

Логарифмический масштаб



Широкодиапазонная регистрация, более 10⁷.

Непосредственно токовый сигнал от детектора логарифмируют и после усиления потенцируют.

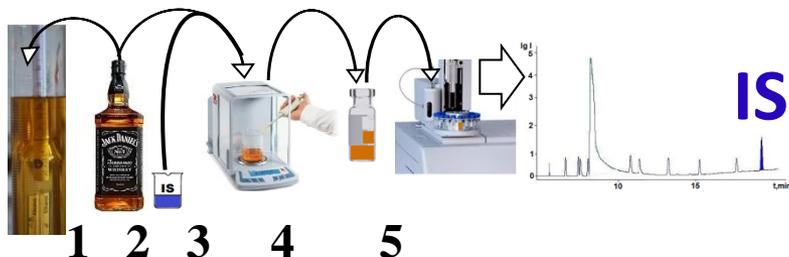
Ежегодно публикуют десятки статей, посвященных изучению состава летучих компонентов алкогольной продукции, «букет» напитка, и ни в одном из них нет какое-либо упоминания, хотя бы на уровне высказывания идеи, использовать на измеренной хроматограмме пик этанола, всегда присутствующий в спиртосодержащей продукции, в качестве пика внутреннего стандарта. Ни на одной из хроматограмм многочисленных публикаций основной пик, соответствующий этанолу, не принимается в расчет.

Одно из наиболее разумных объяснений этому феномену заключается в том, что в подобных исследованиях не участвовали физики и математики.

Непосредственными участниками такой ситуации нам пришлось быть при постановке методик прецизионного определения количественного содержания примесей в экспортной продукции ОАО «Гродно АЗОТ», далее при внедрении метода в ОАО «Невинномысский АЗОТ», ОАО «ЛисичанскОргСинтез», ОАО «Одесский НПЗ», ОАО «НАФТАН», ОАО «Мозырский НПЗ», ОАО «Могилевхимволокно» и в «Минском винно-водочном заводе «Кристалл».

Идея... с большой выдержкой

Сегодня: Традиционный метод внутреннего стандарта.
Китай, Индия, ЕС, США, Мексика и др.



В соответствии с традиционным методом внутреннего стандарта концентрация i -го компонента в размерности мг/кг определяется по следующей формуле:

$$C_i \text{ (мг/кг)} = RRF_i^{IS} \cdot \frac{A_i}{A_{IS}} \cdot C_{IS} \text{ (мг/кг)}$$

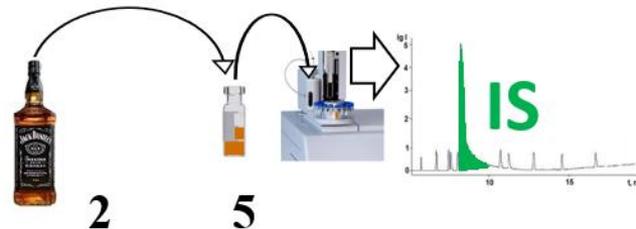
Значения относительных коэффициентов отклика детектора на исследуемый летучий компонент относительно отклика на выбранный внутренний стандарт вычисляют по следующей формуле:

$$RRF_i^{IS} = \frac{C_i^{calibr} \text{ (мг/кг)}}{C_{IS}^{calibr} \text{ (мг/кг)}} \cdot \frac{A_{IS}^{calibr}}{A_i^{calibr}}$$

Для вычисления концентрации компонента, выраженной в **мг/л безводного спирта**, необходимо измерить плотность образца и определить его крепость (объемное содержание этанола):

$$C_i \text{ (мг/л безводного спирта)} = \frac{C_i \text{ (мг/кг)} \cdot \rho_{образец} \text{ (кг/л)} \cdot 100 \%}{\text{"крепость" (\%, об.)}}$$

Завтра: Инновационный подход
Этанол в качестве внутреннего стандарта



В соответствии с методом “Этанол в качестве внутреннего стандарта” концентрация i -го компонента в размерности **мг/л безводного спирта** определяется по следующей формуле

$$C_i \text{ (мг/л безводного спирта)} = RRF_i^{Eth} \cdot \frac{A_i}{A_{Eth}} \cdot \rho_{Eth} \text{ (мг/л)}$$

Значения относительных коэффициентов отклика детектора на исследуемый летучий компонент относительно отклика на этанол вычисляют по следующей формуле:

$$RRF_i^{Eth} = \frac{C_i^{calibr} \text{ (мг/л безводного спирта)}}{\rho_{Eth} \text{ (мг/л)}} \cdot \frac{A_{Eth}^{calibr}}{A_i^{calibr}}$$

1. Нет необходимости добавлять какой-либо внутренний стандарт в образец.
2. Этанол всегда присутствует в алкогольной продукции и его концентрация в **мг/л безводного спирта** всегда известна со 100 % гарантией и равна плотности этанола $\rho_{Eth} = 789300$ мг/л.

№ 400 от 20.01.96.

УТВЕРЖДАЮ



АКТ

приняты в промышленную эксплуатацию "Компьютерные экспертные систем регистрации, хранения и обработки хроматографической информации ЮНИХРОМ" (12-канальные варианты), установленных в лабораториях цехов Циклогексанон-1 и Циклогексанон-2 ГПО "Азот"

Основание: Технические задания на № 700-96/96.

Комиссия в составе представителей ГПО "Азот":

1. Юрша И.А. - зам.главного инженера по новой технике,
2. Бондаренко Т.Г. - начальник ЦОТК,
3. Сахаров В.А. - главный метролог,
4. Ершовский И.В. - зам.начальника ОАСУ,
5. Иоскевич А.М. - мастер КИПиА,
6. Бабай А.Н. - начальник лаборатории ЦОТК,
7. Гордынская Р.Г. - начальник лаборатории ЦОТК

и представителей НИИ ядерных проблем:

1. Черепица С.В. - зав.лаб аналитических исследований,
2. Гацка С.В. - ст.и.с.,

в период с 14 января по 16 февраля 1998 года провела приемку и эксплуатацию двух "Компьютерных многоканальных экспертных систем регистрации, хранения и обработки хроматографической информации ЮНИХРОМ" (12-канальные варианты), установленных в лабораториях цехов Циклогексанон-1 и Циклогексанон-2 ГПО "Азот".

На рассмотрение комиссии представлены следующие документы и оборудование:

1. Две системы ЮНИХРОМ : 12-канальные варианты
2. Техническая документация на систему ЮНИХРОМ (Технический паспорт, Техническое описание и инструкция по эксплуатации, Свидетельство об аттестации, выданное Белстандартом, Методика поверки).
3. Свидетельство (№ 19-6 от 26.11.97 г.) о метрологической аттестации "Системы регистрации и обработки хроматографической информации ЮНИХРОМ 97", выданное ГП "Центр эталонов, стандартизации и метрологии".
4. Протокол метрологической поверки системы ЮНИХРОМ (12-канальный вариант) от 14 января 1998 г.
5. Пакеты программного обеспечения экспертной обработки измеренных хроматограмм по 20 методикам выполнения измерений.
6. Результаты опытной эксплуатации системы.

В результате рассмотрения представленных документов и оборудования, технической документации и результатов опытной эксплуатации системы с начала 1997 года комиссия постановила:

1. По своим метрологическим характеристикам система ЮНИХРОМ удовлетворяет требованиям ОЕМЛ (OEM L R 83 Edition 1990), касающихся хроматографических методов анализа.
2. По уровню достигнутых технических параметров, в частности, возможности одновременно и независимо вести регистрацию хроматограмм от нескольких равноплечных хроматографов, проводить измерения относительных концентраций компонентов вещества в диапазоне от 100% до 0.00001%, проводить экспертную обработку полученных данных и передавать последние в заводскую компьютерную сеть аналогов подобной системы за рубежом и в странах СНГ нет.
3. Система удовлетворяет требованиям ГПО "Азот".

Юрша И.А.
Бондаренко Т.Г.
Сахаров В.А.
Ершовский И.В.
Иоскевич А.М.
Бабай А.Н.
Гордынская Р.Г.

Черепица С.В.
Гацка С.В.

ЖУРНАЛ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ, 2003, том 58, № 4, с. 416-420

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

УДК 543.544:543.8

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОСНОВНОГО КОМПОНЕНТА (РАСТВОРИТЕЛЯ) В КАЧЕСТВЕ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА ПРИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ПРИМЕСЕЙ

© 2003 г. С. В. Черепица*, С. М. Бычков*, А. Н. Коваленко*, А. Л. Мазаник*, Н. М. Селёмина**, О. Б. Серединская***

*Институт ядерных проблем Белорусского государственного университета, 220050 Беларусь, Минск, ул. Бобруйская, 11

**Минский вино-водочный завод "Кристалл", 220030 Беларусь, Минск, ул. Октябрьская, 15

***Открытое акционерное общество "Невинномысский Азот", 357030 Невинномысск-7, ул. Низлева, 1

Поступила в редакцию 05.09.2001 г., после доработки 19.02.2002 г.

Предложен метод газохроматографического определения примесей с использованием основного компонента в качестве внутреннего стандарта. Показано, что такой метод позволяет получить достаточно высокие метрологические характеристики.

В хроматографии довольно часто приходится иметь дело с анализом смесей, представляющих собой основное вещество (растворитель) и сопутствующие ему примеси. Задача хроматографического анализа заключается в установлении концентрации основного вещества и концентраций регламентируемых примесей. Концентрации примесей определяют по возможности, методом добавки внутреннего стандарта (ВС) [1]. Как правило, процедура введения ВС сопряжена с определенными трудностями. 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 было по порядку величины сравнимо с искомыми примесями. Но во многих случаях концентрации определяемых примесей составляют тысячные и менее доли процента. Например, ГОСТ 5363-93 [2] на водку и ГОСТ 5964-93 [3] на спирт этиловый регламентирует содержание альдегидов, высших спиртов и эфиров на уровне нескольких миллиграмм на литр безводного спирта, а это составляет порядка десятитысячных процента. Относительная сложность выполнения этого требования в ряде случаев вынуждает исследователей отказаться от метода ВС и применять метод внешнего стандарта или метод абсолютной градуировки, предусмотренный ГОСТ Р 51698-2000 [4].

Использование основного компонента (растворителя) в качестве ВС позволяет отказаться от довольно сложной процедуры ввода ВС в исследуемый образец, как это требуется, например, по ТУ 6-11-0209955-1-88 [6].

С целью получения количественных характеристик предлагаемого метода были выполнены две серии экспериментальных исследований с аттестованными смесями. Измерения были выполнены в ЦОТК ОАО "Невинномысский Азот" и в контрольной лаборатории Минского вино-водочного завода "Кристалл". Данные лаборатории аккредитованы в системе испытательных и поверочных лабораторий Госстандарта. Аттестованные смеси приготавливались весовым методом с использованием хроматографически чистых веществ в соответствии с требованиями МИ 2334-95 [7]. Первая аттестованная смесь по своему компонентному составу была близка к товарной продукции, выпускаемой по ТУ 6-11-0209955-1-88. Вторая аттестованная смесь соответствовала этиловому спирту, применяемому в производстве водок на Минском вино-водочном заводе "Кристалл". В обоих случаях погрешность содержания компонентов исследуемых примесей в приготвленных аттестованных смесях не превышала 1%.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Method “Ethanol as Internal Standard” for determination of volatile compounds in alcohol products by gas chromatography in daily practice

^aSiarhei V. Charapitsa, ^aSvetlana N. Sytova,
^aAndrey A. Makhomet, ^bTatiana I. Guguchkina,
^bMikhail G. Markovsky, ^bYurii F. Yakuba, ^cYurii N. Kotov

^aResearch Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University
 POB 220030, Bobryiskaya Str., 11, Minsk, Belarus

^bFederal State Budgetary Scientific Institution North Caucasian Regional Research Institute
 of Horticulture and Viticulture, 40 Let Pobedy Str., 39, Krasnodar 350901, Russia

^cBranch of Joint Stock Company “Rosspirtprom” Wine and Distillery Plant “Cheboksary”,
 POB 428018, K. Ivanov Str., 63, Cheboksary, Russia

Corresponding author: Dr. Siarhei V. Charapitsa; e-mail: chere@inp.bsu.by;

svcharapitsa@tut.by; Research Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University,
 POB 220030, Bobryiskaya Str., 11, Minsk, Belarus

Recently proposed new method “Ethanol as Internal Standard” for determination of volatile compounds in alcohol products by gas chromatography (GC) is investigated from different sides including method testing on prepared standard solutions like cognac and brandy, different ethanol-water solutions and certified reference material CRM LGC5100 Whisky-Congeners. Analysis of obtained results of experimental study from four different laboratories shows that relative bias between the experimentally measured concentrations calculated in accordance with proposed method and the values of concentrations assigned during the preparation by gravimetric method for all analyzed compounds does not exceed 10 %. It is shown that relative response factors (RRF) between analyzed volatile compounds and ethanol do not depend on time of analysis and are constant for every model of GC. It is shown the possibility to use predetermined RRF in daily practice of testing laboratories and to implement this new method in the international standards of measurement procedure.

INTERNATIONAL
 STANDARD

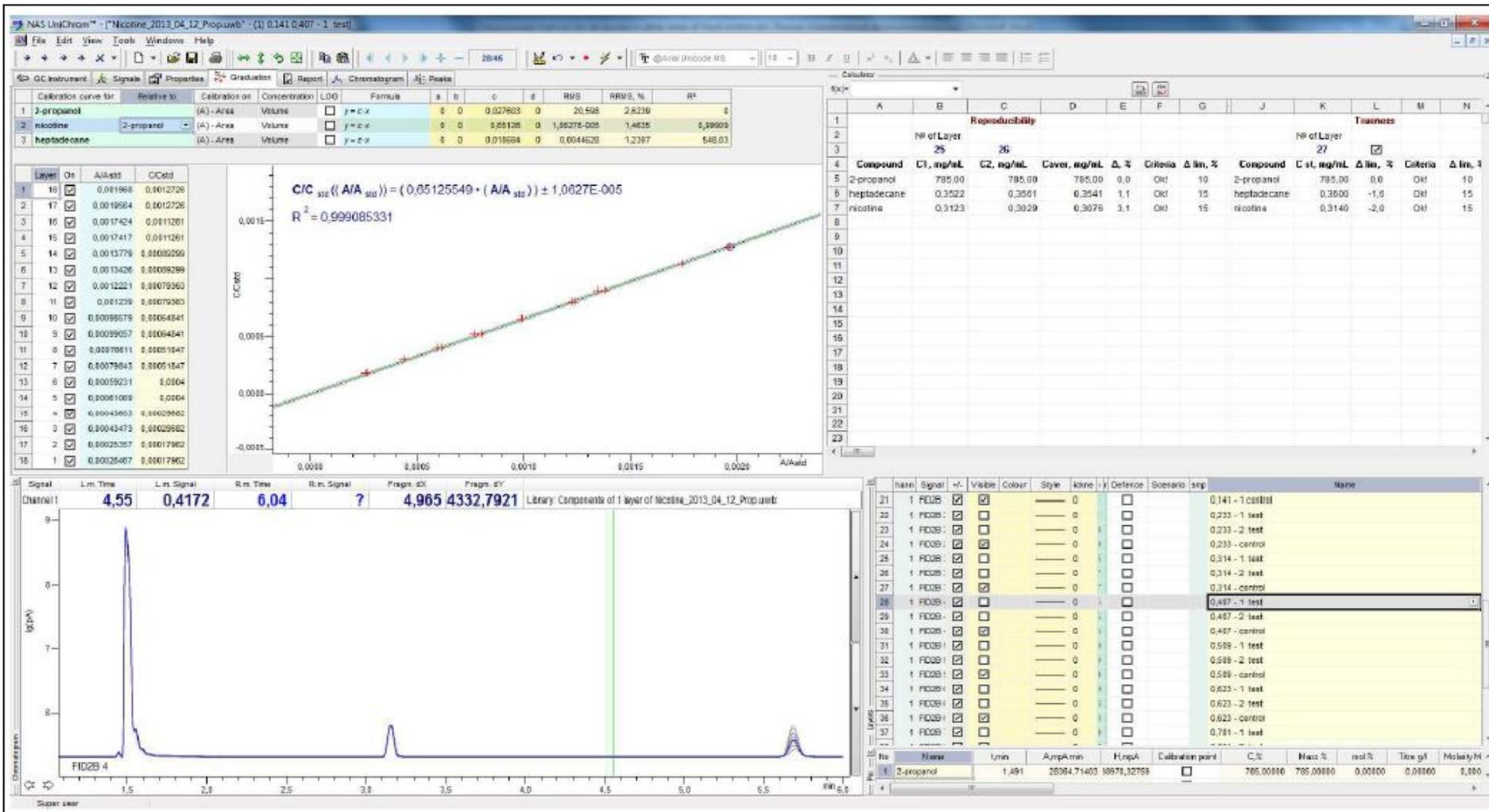
ISO
 10315

Fourth edition
 2021-06

**Cigarettes — Determination of
 nicotine in total particulate matter
 from the mainstream smoke — Gas-
 chromatographic method**

Определение количественного содержания никотина в конденсате сигаретного дыма. Традиционный метод внутреннего стандарта. В экстракт количественно добавляют гептадекан.

Физики предложили в качестве внутреннего стандарта использовать основной компонент растворителя – изо-пропанол (IPA).



Сигареты относятся к продуктам питания

Фармакопейные статьи

по определению летучих компонентов в этиловом спирте (ЕС, США, РБ, РФ)

European Pharmacopoeia The United States Pharmacopoeial Convention Государственная фармакопея РБ Государственная фармакопея РФ

EUROPEAN PHARMACOPOEIA 7.0

Absorbance (2.2.25): maximum 0.40 at 240 nm, 0.30 between 250 nm and 260 nm and 0.10 between 270 nm and 340 nm. The absorption curve is smooth.

Examine between 235 nm and 340 nm, in a 5 cm cell using *water R* as the compensation liquid.

Volatile impurities. Gas chromatography (2.2.28).

Test solution (a). The substance to be examined.

Test solution (b). Add 150 µL of **4-methylpentan-2-ol R** to 500.0 mL of the substance to be examined.

Reference solution (a). Dilute 100 µL of *anhydrous methanol R* to 50.0 mL with the substance to be examined. Dilute 5.0 mL of the solution to 50.0 mL with the substance to be examined.

Reference solution (b). Dilute 50 µL of *anhydrous methanol R* and 50 µL of *acetaldehyde R* to 50.0 mL with the substance to be examined. Dilute 100 µL of the solution to 10.0 mL with the substance to be examined.

Reference solution (c). Dilute 150 µL of *acetal R* to 50.0 mL with the substance to be examined. Dilute 100 µL of the solution to 10.0 mL with the substance to be examined.

Reference solution (d). Dilute 100 µL of *benzene R* to 100.0 mL with the substance to be examined. Dilute 100 µL of the solution to 50.0 mL with the substance to be examined.

Alcohol

Add the following:

Portions of this monograph that are national USP text, and are not part of the harmonized text, are marked with symbols (★) to specify this fact. USP17

CC(C)C(O)CC 46.07

DEFINITION

Change to read:

USP17 Alcohol contains NLT 92.3% and NMT 93.8%, by weight, corresponding to NLT 94.9% and NMT 96.0%, by volume, at 15.56°, of C₂H₅OH. USP17

IDENTIFICATION

- A.** It meets the requirements of the test for *Specific Gravity* (841).
- B. INFRARED ABSORPTION** (197F) or (197S): Neat

IMPURITIES

- LIMIT OF NONVOLATILE RESIDUE**
Sample: 100 mL of Alcohol
Analysis: Evaporate the *Sample* in a tared dish on a water bath, and dry at 100°–105° for 1 h.
Acceptance criteria: The weight of the residue is NMT 2.5 mg.

Change to read:

- ORGANIC IMPURITIES**
Sample solution A: Alcohol (substance under test)
Sample solution B: 300 µL/L of **4-methylpentan-2-ol R** in Sample solution A
Standard solution A: 200 µL/L of methanol in Sample solution A
Standard solution B: 10 µL/L of methanol and 10 µL/L of acetaldehyde in Sample solution A
Standard solution C: 30 µL/L of acetal in Sample solution A
Standard solution D: 2 µL/L of benzene in Sample solution A

Chromatographic system
(See *Chromatography* (621), *System Suitability*).
Mode: GC
Detector: Flame ionization

Летучие примеси. Газовая хроматография (2.2.28).

Испытуемый раствор (a). Испытуемый образец.

Испытуемый раствор (b). 150 мкл **4-метилпентан-2-ола R** доводят до 500,0 мл испытуемым образцом.

Раствор сравнения (a). 100 мкл безводного метанола R доводят до 50,0 мл испытуемым образцом. 5,0 мл полученного раствора доводят до 50,0 мл испытуемым образцом.

Раствор сравнения (b). 50 мкл безводного метанола R и 50 мкл ацетальдегида R доводят до 50,0 мл испытуемым образцом. 100 мкл полученного раствора доводят до 10,0 мл испытуемым образцом.

Раствор сравнения (c). 150 мкл ацеталь R доводят до 50,0 мл испытуемым образцом. 100 мкл полученного раствора доводят до 10,0 мл испытуемым образцом.

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Спирт этиловый 95%, 96 %	ФС.2.1.0036.15
Этанол	Влажен ВФС 42-2761-96;
Ethanolum	этанол ФС 42-3072-00

Этанол CCO

C₂H₆O М. м. 46,07

Спирт этиловый 95% содержит от 94,9 % до 96,0% этанола C₂H₆O (o/o), от 92,3% до 93,8% (м/м); спирт этиловый 96% содержит от 95,1% до 96,9% этанола (o/o), от 92,6% до 95,2% (м/м).

Настоящая фармакопейная статья распространяется на спирт этиловый 95% и спирт этиловый 96 %, вырабатываемый из различных видов сахар- и крахмалосодержащего пищевого сырья и применяемый для производства/готовления стерильных и нестерильных лекарственных форм.

Хроматографируют градуировочную смесь (PC-3 МСО 1748:2011 «Стандартные образцы состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте» или аналогичный) и субстанцию.

Традиционный метод внутреннего стандарта

Метод внешнего стандарта

MINISTRY OF EDUCATION OF THE REPUBLIC OF BELARUS
BELARUSIAN STATE UNIVERSITY
CHEMISTRY FACULTY
Department of Analytical Chemistry

AL-ZUBAIDI MOHAMMED QAHTAN JASIM

QUANTITATIVE DETERMINATION OF VOLATILE COMPOUNDS IN
ETHANOL OF PHARMACEUTICAL PREPARATIONS. METHOD
VALIDATION

Master's thesis

specialty 1-31 80 06 «Chemistry for drug substances»

Supervisor:
Charapitsa Siarhei, Ph.D.

С. Черепица

Permitted to defend

«23» 06 2022

Head of the Department of Analytical Chemistry

M.F. Zayats M.F. Zayats

Doctor of Chemical Sciences

Minsk, 2022

Определение ацетадгидов, эфиров, высших спиртов и метанола

в 27 алкогольных напитках

Result for	 40 % ABV	 40 % ABV	 43 % ABV	 40 % ABV	 40 % ABV	 40 % ABV	 40 % ABV	 47 % ABV	 45 % ABV
	Rum	Whiskey	Bourbon	Grain spirit	Brandy	Grappa	Calvados	Gin	Slivovice
Official method, mg/L AA	48.1 / 145 / 1043 / 22.2	162 / 589 / 6693 / 132	150 / 645 / 5546 / 88.4	44.0 / 84.7 / 4662 / 110	143 / 396 / 4801 / 297	191 / 289 / 2113 / 414	182 / 583 / 3690 / 910	1.70 / 0 / 1.54 / 4.16	210 / 907 / 6255 / 10546
Developed method, mg/L AA	48.4 / 146 / 1051 / 22.3	160 / 584 / 6635 / 130	151 / 649 / 5580 / 88.9	44.4 / 85.4 / 4703 / 111	142 / 396 / 4794 / 297	190 / 288 / 2100 / 412	182 / 585 / 3702 / 913	1.72 / 0 / 1.55 / 4.19	211 / 912 / 6288 / 10603
Δ, %	0.7 / 0.7 / 0.7 / 0.7	-0.9 / -0.9 / -0.9 / -0.9	0.6 / 0.6 / 0.6 / 0.6	0.9 / 0.9 / 0.9 / 0.9	-0.2 / -0.2 / -0.2 / -0.2	-0.6 / -0.6 / -0.6 / -0.6	0.3 / 0.3 / 0.3 / 0.3	0.8 / - / 0.9 / 0.9	0.5 / 0.5 / 0.5 / 0.5
Result for	 38 % ABV	 14.5 % ABV	 38 % ABV	 15 % ABV	 18 % ABV	 8.5 % ABV	 70 % ABV	 27.5 % ABV	 40 % ABV
	Tsikoudia	Sake	Tequila	Vermouth	Nalewka	Mulled wine	Rectified spirit	Cocktail	Vodka
Official method, mg/L AA	356 / 266 / 2297 / 755	37.6 / 47.0 / 1367 / 18.2	34.8 / 126 / 2895 / 1456	30.5 / 0 / 5.94 / 17.5	47.4 / 74.4 / 10.3 / 168	22.7 / 55.9 / 871 / 25.3	4.83 / 25.2 / 0 / 6.05	61.9 / 84.0 / 728 / 77.3	0.504 / 0 / 0 / 21.8
Developed method, mg/L AA	359 / 268 / 2316 / 761	37.2 / 46.5 / 1352 / 18.1	34.9 / 127 / 2904 / 1460	30.6 / 0 / 5.98 / 17.6	47.8 / 75.1 / 10.4 / 169	22.5 / 55.6 / 866 / 25.1	4.81 / 25.1 / 0 / 6.03	61.1 / 83.0 / 719 / 76.3	0.50 / 0 / 0 / 21.7
Δ, %	0.9 / 0.8 / 0.9 / 0.9	-1.1 / -1.1 / -1.1 / -1.1	0.4 / 0.3 / 0.3 / 0.3	0.6 / - / 0.6 / 0.6	0.9 / 0.9 / 0.9 / 0.9	-0.6 / -0.5 / -0.6 / -0.6	-0.4 / -0.4 / - / 0.4	-1.3 / -1.2 / -1.2 / -1.2	-0.7 / - / - / -0.7
Result for	 38 % ABV	 17 % ABV	 35 % ABV	 25 % ABV	 16 % ABV	 16.5 % ABV	 35 % ABV	 40 % ABV	 56 % ABV
	Liqueurs							Rakia	Baijiu
	Sambuca	Egg	Herbal	Limon	Cherry	Raspberry	Sloe gin		
Official method, mg/L AA	4.20 / 0 / 2.44 / 2.32	6.89 / 0 / 125 / 9.75	38.1 / 13.5 / 9.39 / 19.5	25.1 / 0 / 0 / 29.1	18.4 / 266 / 0 / 9.77	36.6 / 31.8 / 0 / 127	1.12 / 0 / 0 / 20.5	92.2 / 1334 / 6165 / 11862	63.9 / 1072 / 2114 / 115
Developed method, mg/L AA	4.24 / 0 / 2.46 / 2.34	6.94 / 0 / 125 / 9.81	38.2 / 13.5 / 9.43 / 19.6	25.3 / 0 / 0 / 29.4	18.5 / 267 / 0 / 9.82	36.2 / 31.5 / 0 / 126	1.13 / 0 / 0 / 20.7	91.6 / 1325 / 6217 / 11791	64.3 / 1079 / 2128 / 116
Δ, %	0.8 / - / 0.8 / 0.8	0.8 / - / 0.7 / 0.7	0.4 / 0.4 / 0.4 / 0.4	0.8 / - / - / 0.8	0.5 / 0.6 / - / 0.5	-1.0 / -1.1 / - / - 1.1	0.6 / - / - / 0.6	0.6 / 0.7 / 0.6 / 0.6	0.6 / 0.6 / 0.6 / 0.6

Относительная разница между полученными значениями концентраций (Δ, %), измеренными в соответствии с ЕС 2870/2000 по официальному методу внутреннего стандарта и в соответствии с предлагаемым модифицированным методом внутреннего стандарта, не превышает **1.5 %**.

Опубликовано:

1. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **2013**, 61, 2950-2956. <https://doi.org/10.1021/jf3044956>, IF **3.107**
2. *Journal of Chemical Metrology*, **2018**, 12, 59-69. <http://doi.org/10.25135/jcm.14.18.02.063>
3. *Journal of AOAC International*, **2019**, 102(2), 669-672. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.18-0258>, IF **1.201**
4. *42nd World Congress of Vine and Wine*, **2019**, 02030. <https://doi.org/10.1051/bioconf/20191502030>
5. *Journal of Mass Spectrometry*, **2019**, e4493. <https://doi.org/10.1002/jms.4493>, IF **2.09**
6. *Food Control*, **2021**, 107528. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107528>, IF **5.48**
7. *Food Chemistry*, **2020**, 128107 <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128107>, IF **6.36**
8. *Food Analytical Methods*, **2021**, 14, 2088-2100. <https://doi.org/10.1007/s12161-021-02047-8>, IF **3.16**
9. *J. Chemical Metrology*, **2021**, 15(2), 113-123. <http://doi.org/10.25135/jcm.66.2111.2259>
10. *J. Food Composition and Analysis*, **2022**, 104772. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2022.104772>, IF **4.28**
11. *Talanta*, 2022, Vol. 246, 123518, <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2022.123518>, IF **6.057**
12. *Monatshefte für Chemie - Chemical Monthly*, **2022**, DOI: <https://doi.org/10.1007/s00706-022-02942-8>, IF **1.613**
13. *Пиво и напитки*, **2019**, 4, 41-45. <https://doi.org/10.24411/2072-9650-2019-10005>
14. *Журнал Белорусского государственного университета. Химия*, **2020**, 1. 74-87. <https://doi.org/10.33581/2520-257X-2020-1-74-87>
15. *Бутлеровские сообщения*, **2020**, 64(12), 60-75. <https://doi.org/10.37952/ROI-jbc-01/20-64-12-60>
16. *Пиво и напитки*, **2021**, 3, 13-18. <https://doi.org/10.52653/PIN.2021.3.3.005>
17. *Контроль качества продукции*, **2021**, 11, 34-38. <https://ria-stk.ru/mos/adetail.php?ID=204383>
18. *Заводская лаборатория*, **2022**, 88(5), 13-21. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2022-88-5-13-21>
19. *Пищевая промышленность: наука и технологии*, **2022**, vol.15, 4(58) 88-99, [https://doi.org/10.47612/2073-4794-2022-15-4\(58\)-88-99](https://doi.org/10.47612/2073-4794-2022-15-4(58)-88-99)
20. *J. Food Meas. Charact.*, **2023**, <https://link.springer.com/article/10.1007/s11694-023-01868-x>, IF **3.006**
21. *J. Chromatography A*, **2023**, 1649, 462704. <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4449839>, IF **4.601**
22. Способ определения в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом концентрации летучих примесей / *Eurasian Patent № 036994*, 2021, <https://www.eapo.org/ru/patents/reestr/patent.php?id=36994>

Представлены в свободном доступе в интернете:

1. Improved document COMMISSION REGULATION EC2870/2000 <https://elab.bsu.by/download.php?id=308>
2. Improved document OIV-MA-BS-14, <https://elab.bsu.by/download.php?id=312>
3. Improved document OIV-MA-AS312-03A <https://elab.bsu.by/download.php?id=317>
4. Improved document OIV-MA-AS315-27 <https://elab.bsu.by/download.php?id=316>
5. Improved document Indian Standard 3572-2005, <https://elab.bsu.by/download.php?id=315>
6. Improved document Norma Mexicana NMX-V-005-NORMEX-2013 <https://elab.bsu.by/download.php?id=311>
7. Improved document National standards of People's Republic of China GB/T 15038
<https://elab.bsu.by/download.php?id=309>
8. Improved document National standards of People's Republic of China GB/T 11858
<https://elab.bsu.by/download.php?id=307>
9. Improved document AOAC Official Method 972.10 (USA), <https://elab.bsu.by/download.php?id=306>
10. Improved document AOAC Official Method 972.11 (USA), <https://elab.bsu.by/download.php?id=305>
11. Improved document ГОСТ 30536-2013 <https://elab.bsu.by/download.php?id=314>
12. Improved document СТБ ГОСТ Р 51698-2001 <https://elab.bsu.by/download.php?id=313>

Защита Ph.D. на кафедре аналитической химии Карлова университета в Праге

CHARLES UNIVERSITY

Faculty of Science

Study programme: Analytical chemistry



Anton Korban, M.Sc.

Development and metrological evaluation of gas chromatographic methods for quality and safety control of alcoholic products

Vývoj a metrologické hodnocení metod plynové chromatografie pro kontrolu kvality a bezpečnosti alkoholických výrobků

Doctoral thesis

Supervisor: Assoc. Prof. Radomír Čabala, Ph.D.

Prague, 2022

R. JELÍNEK

Original Czech Distilleries

Черепице С.В.

Ведущему научному сотруднику

Визовице, 21 мая 2021 г.

Уважаемый Сергей Вячеславович!

В настоящее время мы начали плотное сотрудничество с Антоном Корбаном, который помогает нам внедрить метод «Этанол в качестве внутреннего стандарта».

Искренне благодарим Вас, а также сотрудников Лаборатории аналитических исследований Института ядерных проблем Белорусского государственного университета за разработку и развитие инновационного метода «Этанол в качестве внутреннего стандарта» для газохроматографического контроля качества алкогольной продукции.

Наше предприятие заинтересовалось во внедрении и использовании данного метода, поскольку он является высокоэффективным и точным, и позволяет нам быстро анализировать десятки образцов продукции. Предложенный метод продемонстрировал свою работоспособность и вышеуказанные достоинства при анализе различных фруктовых дистиллятов, производимых нашей организацией.

Сегодня «Рудольф Елинек» — флагман алкогольной индустрии Чешской Республики, опирающийся на более чем четырехсотлетнюю историю производства фруктовых дистиллятов на Моравской Валахии. Использование разработанного метода в ежедневной практике упростит и модернизирует контроль качества выпускаемой нами продукции.

Хочу тоже высоко оценить профессионализм и квалификацию сотрудника Вашей Лаборатории Корбана Антона за консультации, помощь в валидации и внедрении метода.

С уважением,

Владимир Дарбеник

Прокурист

АО «Рудольф Елинек» (RUDOLF JELÍNEK, a.s.)

Утверждение метода в качестве официального ILIDe 453:2021 CLEAN Method для таможенных лабораторий Евросоюза



ILIDe 453:2021 | CLEN Method

Determination of Isopropyl Alcohol and Methyl Ethyl Ketone in Alcoholic Products by GC-FID

Version 2 February 2021

This table shows the most important changes that have been made compared with the latest former version	
Date of the latest former version: 14 October 2019	
Section	Changes
8. Precision	Precision data units corrected. Expression of the precision data as repeatability and reproducibility (limit of r and limit of R) instead of their standard deviations and relative standard deviations.

Determination of Isopropyl Alcohol and Methyl Ethyl Ketone in Alcoholic Products by GC-FID (Gas Chromatography - Flame Ionisation Detection)

1. Scope

The purpose of this method is verification of fulfilment of the legislative requirements on denatured alcohol, particularly the Regulation (EC) 3199/93 of 22 November 1993, and its amendments, concerning the mutual recognition procedures for the complete denaturing of alcohol (CDA) for the purpose of exemption from excise duty. The common denaturing procedure for completely denatured alcohol defines the amount of denaturing agents in litre (or gram) per hectolitre of absolute ethanol. According to Commission Implementing Regulation (EU) 2017/2236 the amount of IPA and MEK added to 100 L (1 hL) of absolute ethanol is 1 L.

This method is suitable for the determination of isopropyl alcohol (IPA) and methyl ethyl ketone (MEK) in denatured alcohol and alcohol containing solutions or drinks with analyte content ranging from 0.1 to 5 L per hL absolute ethanol using gas chromatography-flame ionization detection.

The same analytical procedure can be used for other formulations of volatile denaturants, i.e. methanol, acetone, tert-butyl alcohol, ethyl acetate, methyl isopropyl ketone, methyl isobutyl ketone, toluene or ethyl sec-amyl ketone.

2. Principle

The concentration of the denaturants is determined by capillary gas chromatography with FID detection. **Ethyl alcohol itself is used as internal standard and all data for the concentration of denaturants are calculated in relation to the content of ethanol. There is no need for any further internal standard compound.**

3. Reagents and materials

The following reagents of recognized analytical grade and demineralized or distilled water are used:

- 3.1 Methyl ethyl ketone (MEK), min. 99.5 %
- 3.2 Isopropyl alcohol (IPA), min. 99.8 %
- 3.3 Deionized water
- 3.4 Absolute Ethanol ≥ 99.8 %

6. Calculations

For creating calibration curve calculate the exact volume of ethanol, IPA and MEK using its weight (See Section 5.1), its density and its purity according to the following equation:

$$\text{Exact volume (Ve)} = (\text{Weight (g)} \times \text{Purity}) / \text{Density (kg/l)}$$

(Density: ethanol: 0.7892 kg/l; IPA: 0.7855 kg/l; MEK: 0.8050 kg/l)

Calculate the factors for the calibration of MEK and IPA as follows:

$$\text{Calibration solution CS}_1: F_{CS1,IPA} = (\text{Exact volume of IPA}) \times 100 / (\text{Exact volume of ethanol})$$

$$\text{Calibration solution CS}_1: F_{CS1,MEK} = (\text{Exact volume of MEK}) \times 100 / (\text{Exact volume of ethanol})$$

Do the same for calibration solutions CS₂, CS₃, CS₄, and CS₅.

7. Expression of results

The analytical results obtained from calibration curve are in L / hL absolute ethanol. Results are expressed with maximum 3 significant figures and maximum 2 decimal places (example 1.04 L / hL absolute ethanol).

8. Precision

Precision data obtained from the 1st CLEN proficiency test on completely denatured alcohol, performed in 2019 (final report issued 4 September 2019) by **41 laboratories** on 3 samples.

Isopropyl alcohol (IPA)	Completely denatured alcohol (CDA)	Matrices	
		Burning alcohol	Screen wash
IPA (robust mean), L/hL EtOH	0.99	0.97	0.96
Repeatability, L/hL EtOH	0.01	0.01	0.02
Reproducibility L/hL EtOH	0.06	0.06	0.12

Methyl ethyl ketone (MEK)	Completely denatured alcohol (CDA)	Matrices	
		Burning alcohol	Screen wash
MEK (robust mean), L/hL EtOH	1.00	1.14	0.93
Repeatability, L/hL EtOH	0.01	0.02	0.02
Reproducibility, L/hL EtOH	0.06	0.14	0.12

Метод принят в качестве официального в таможенных лабораториях Евросоюза на основе межлабораторных испытаний в 41 аккредитованной лаборатории Евросоюза

Аттестации методики (метода) измерений в Росстандарте и получение Евразийского патента

001340


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

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

Методика измерений массовой концентрации летучих компонентов в водке и спирте
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
этиловом методом газовой хроматографии
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений
предназначенная для измерений массовой концентрации летучих компонентов в водке и
спирте этиловым методом газовой хроматографии в лаборатории аналитических
исследований НИИ ЯП БГУ.
разработанная Научно-исследовательским учреждением "Институт ядерных проблем"
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
Белорусского Государственного Университета (НИИ ЯП БГУ).
220030 Беларусь, г. Минск, ул. Бобруйская, д. 11.
и содержащаяся в документе "Определение летучих компонентов в водке и спирте"
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
этиловым методом газовой хроматографии. Методика измерений"
Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений"
и ГОСТ Р 8.563-2009.
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики измерений и экспериментальных исследований
В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563-2009
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009
Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 л.

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

М.П.

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



ЕВРАЗЙСКИЙ ПАТЕНТ

 **ЕВРАЗЙСКАЯ ПАТЕНТНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ**
ЕВРАЗЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

 **ЕВРАЗЙСКИЙ ПАТЕНТ**
№ 036994

Название изобретения:
«СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ КОНЦЕНТРАЦИИ ЛЕТУЧИХ ПРИМЕСЕЙ В ЭТАНОЛСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ»

Патентовладелец (лицы):
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ "ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ" БГУ (ВУ)

Изобретатель (и):
Черешня Сергей Вячеславович, Сытова Светлана Николаевна, Егоров Владимир Владимирович, Ветохин Сергей Сергеевич, Заяц Наталия Ивановна, Корбан Антон Леонидович, Соболенко Лидия Николаевна (ВУ)

Заявка №: 201800397
Дата подачи заявки: 23 мая 2018 г.
Дата выдачи патента: 25 января 2021 г.

Настоящим удостоверяется, что евразийский патент выдан на изобретение с формулой, опубликованной в Бюллетене Евразийского патентного ведомства «Изобретения (евразийские заявки и патенты)» № 1 / 2021 год.
При уплате установленных годовых пошлин патент действует на территории государств - участников Евразийской патентной конвенции - Азербайджанской Республики, Кыргызской Республики, Республики Армения, Республики Беларусь, Республики Казахстан, Республики Таджикистан, Российской Федерации, Туркменистана.


ТЛЕВЛЕСОВА
Сауле Январбековна
Президент Евразийского патентного ведомства



Оценка эффективности метода по результатам межлабораторных испытаний

KELLY ET AL.: JOURNAL OF AOAC INTERNATIONAL VOL. 82, No. 6, 1999 1375

FOOD COMPOSITION AND ADDITIVES

Gas Chromatographic Determination of Volatile Congeners in Spirit Drinks: Interlaboratory Study

JANET KELLY, STEPHEN CHAPMAN, and PAUL BRERETON

Ministry of Agriculture, Fisheries and Food, CSL Food Science Laboratory, Norwich Research Park, Colney, Norwich, NR4 7UQ, UK

ALAIN BERTRAND

University of Bordeaux 2, Faculté d'Oenologie, 351, Cours de la Libération, 33405 Talence cedex, France

CLAUDE GUILLOU

European Commission, Joint Research Centre, Environment Institute, Food & Drug Analysis/Consumer Protection Unit, BEVABS Laboratory, 1-21020 Ispra (Va), Italy

REINER WITTKOWSKI

Bundesinstitut für Gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin (BfV), Thielallee 88-92, D-14195, Berlin, Germany

Collaborators: P. Lenartowicz; R. Kiddie; P. Durante; A. Garcia; L. Maignial; M. Williams; A.D. Low; J.P. Vidal; A.T. Richards; M. Bourrier; M. Cuatrecasas; M. Grimm; M. Lees; T. Lamoureux; P. Smith; W. Swanson; A. Smith; R.J. Davies; K. Wardle; L. Terwel; J.M.S. Lopes; D. Clutton; M. Williams; I.J. Hampton; P. Maynard; J.R.G. Hiero; W. Frank; C. Bauer-Christoph; K. Klingemann; D.R. Senf; I. Liadouze; M. Spyridon Bolkas; J.D. Martin; M.J. Valcarcel Munoz; E.C. Conchie; A. Malandain; A. Leclerc; M. Pineau; P. Barboteau; M. Lafage; D. Laurichesse; M. Nic An Airchinnigh; S. McGowan; B. Cresto; A. Bossard

An interlaboratory study of a gas chromatographic (GC) method for the determination of volatile congeners in spirit drinks was conducted; 31 laboratories from 8 countries took part in the study. The method uses GC with flame ionization detection and incorporates several quality control measures which permit the choice of chromatographic system and conditions to be selected by the user. Spirit drink samples were prepared and sent to participants as 10 blind duplicate or split-level test materials for the determination of 1,1-dithoxyethane (acetal), 2-methylbutan-1-ol (active amyl alcohol), 3-methylbutan-1-ol (isoamyl alcohol), methanol (methyl alcohol), ethyl ethanoate (ethyl acetate), butan-1-ol (*n*-butanol), butan-2-ol (sec-butanol), 2-methylpropan-1-ol (isobutyl alcohol), propan-1-ol (*n*-propanol), and ethanal (acetaldehyde). The precision of the method for 9 of the 10 analytes was well

(2) that will prescribe methods of analysis to be used to monitor compliance with 1576/89.

Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation and maturation of spirit drinks and can be used to provide both qualitative and quantitative information for labelling purposes. In addition proposed European legislation specifically defines the volatile congener component of volatile substances as comprising the sum of: ethanal (acetaldehyde) and the ethanal fraction contained in 1,1-dithoxyethane (acetal) expressed as ethanal, and the sum of propan-1-ol (*n*-propanol), 2-methylpropan-1-ol (isobutyl alcohol), butan-1-ol (*n*-butanol), butan-2-ol (sec-butanol), 2-methylbutan-1-ol (active amyl alcohol) and 3-methylbutan-1-ol (isoamyl alcohol). Regulation 1576/89

BIO Web of Conferences 15, 02030 (2019)
42nd World Congress of Vine and Wine

<https://doi.org/10.1051/bioconf/20191502030>

Interlaboratory study of ethanol usage as an internal standard in direct determination of volatile compounds in alcoholic products

S. Charapitsa¹, S. Sytova¹, A. Korban^{1,2}, L. Sobolenko^{1,2}, V. Egorov², S. Leschev², M. Zakharov³, R. Čabala⁴, R. Busarova⁵, I. Shestakovich⁶, A. Tolstouhova⁶, S. Ondroušek⁷, J. Vávra⁷, M. Yilmaztekin⁸, and T. Cabaroglu⁹

¹ Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University, 220030, Bobruyskaya Str., 11, Minsk, Belarus

² Chemistry Faculty, Department of Analytical Chemistry, Belarusian State University, Leningradskaya Str., 14, 220050, Minsk, Belarus

³ All-Russian Scientific Research Institute of the Brewing, Non-Alcoholic and Wine Industry – Branch of the V.M. Gorbatov Federal Scientific Center of Food Systems of RAS, 119021, Rossolimo Str., 17, Moscow, Russia

⁴ Charles University, Faculty of Science, Department of Analytical Chemistry, Hlavova Str., 2030, 128 40, Prague 2, Czech Republic

⁵ JS “Mosazervinzavod”, 115088, Yuzhnoportovaya Str., 30, Moscow, Russia

⁶ Republican Centre for Hygiene, Epidemiology and Public Health, 220099, Kazintsa Str., 50, Minsk, Belarus

⁷ General Directorate of Customs, Customs Technical Laboratory, Budějovická Str., 7, 140 96, Prague 4, Czech Republic

⁸ Inonu University, Faculty of Engineering, Department of Food Engineering, 44280, Malatya, Turkey

⁹ Cukurova University, Faculty of Agriculture, Department of Food Engineering, 01330, Adana, Turkey

Abstract. A collaborative interlaboratory study on the method of direct quantitation of volatile compounds in spirit drinks and alcoholic products was conducted. The discussed method applies ethanol, the major volatile component of an alcoholic product, as an internal standard. In this study 9 laboratories from 4 different countries were supplied with standard solutions for gas chromatographic measurements. Five aqueous ethanol 40% (v/v) standard solutions containing target compounds in concentrations ranging from 10 mg/L to 400 mg/L of absolute alcohol were prepared and sent to the participants for quantification of acetaldehyde, methyl acetate, ethyl acetate, methanol, 2-propanol, 1-propanol, 2-methyl-1-propanol, 1-butanol and 3-methyl-1-butanol. The interlaboratory study was evaluated according to the ISO 5725 standards and the Eurachem guide. The within-laboratory precision varied between 0.4% and 7.5% for all samples and compounds, showing a sufficiently high repeatability of the method. The between-laboratory precision was found to vary within a satisfactory range of 0.5% ÷ 10.0%. Precision of the method was well within the range predicted by the Horwitz equation for all analytes. The analysis of trueness showed that the bias of the method is insignificant at the significance level $\alpha = 5\%$. The determined concentrations of the analytes compared well to the gravimetric values thus showing very satisfactory accuracy of the method. The results of the interlaboratory study confirmed that “Ethanol as Internal Standard” method is robust and reliable and can be used as a standard reference method for analysing volatile compounds in water-ethanol samples. The possibilities of method validation according to the previously obtained experimental data were shown.

8 стран

31 лаборатория

42 соавтора

4 страны

9 лабораторий

15 соавторов

Результаты межлабораторных с международным участием испытаний метода были представлены в виде устного доклада и опубликованы (doi.org/10.1051/bioconf/20191502030) в трудах 42-го Международного конгресса международной межправительственной организации виноделия и виноградарства (MOVB - OIV), 15-19 июля 2019 г., Женева, Швейцария (www.OIV2019.ch).

По результатам проведенных МЛИ подготовлен проект импортозамещающего производства отечественных стандартных образцов

Стандартные образцы водно-этанольных растворов летучих компонентов для прямого определения количественного содержания летучих компонентов в широком спектре матриц алкогольной и этанолсодержащей продукции представляет собой бесцветную водно-этанольную смесь, приготовленную из дистиллированной воды и спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья с внесенными добавками летучих компонентов (ацетальдегида, метилацетата, этилацетата, метанола, пропан-2-ола, пропан-1-ола, 2-метилпропан-1-ола, бутан-1-ола и 3-метилбутан-1-ола). Объемная доля этилового спирта в образцах составляет 40 %.

Аттестуемая характеристика СО, обозначение единицы измерений	Обозначение единицы физической величины	Интервалы допускаемых аттестованных значений		
		РВЭ-3	РВЭ-2	РВЭ-1
Массовая концентрация уксусного альдегида (ацетальдегида)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация метилового эфира уксусной кислоты (метилацетата)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация этилового эфира уксусной кислоты (этилацетата)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация и объемная доля метилового спирта (метанола)	мг/л (АА)	5,00-15,00	15,0-20,0	20,0-30,0
	мг/л	2,00-6,00	6,0-8,0	8,0-12,0
	% (АА)	0,00063-0,00190	0,0019-0,0025	0,0025-0,0038
	%	0,00025-0,00075	0,00075-0,0010	0,001-0,0015
Массовая концентрация изопропилового спирта (2-пропанола)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация пропилового спирта (1-пропанола)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация изобутилового спирта (2-метил-1-пропанола)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация бутилового спирта (1-бутанола)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0
Массовая концентрация изоамилового спирта (3-метил-1-бутанола)	мг/л (АА)	1,20-2,00	8,7-13,0	20,0-30,0
	мг/л	0,50-0,80	3,5-5,0	8,0-12,0



Стандартные образцы расфасованы в 2 мл микровиалы с тефлоновой крышкой под кримпер и готовы к прямому использованию в автоматических дозаторах жидкостных для газовых хроматографов.

Полный набор СО состоит из 7 экземпляров (РВЭ-А, РВЭ-В, РВЭ-С, РВЭ-Д, РВЭ-1, РВЭ-2, РВЭ-3). Конечный комплект поставки СО формируется исходя из требований заказчика и помещается в пластиковый контейнер, обеспечивающий безопасное хранение и транспортировку

Отечественные стандартные образцы впервые могут быть использованы для контроля правильности измерений.

Экономическая эффективность импортозамещающего производства отечественных стандартных образцов составляет в эквиваленте **650 тысяч белорусских рублей ежегодно.**



- Commission Regulation (EC) No 2870/2000 of 19 December 2000 laying down Community reference methods for the analysis of spirit drinks (2000)
- OIV-MA-BS-01 Reference method for the determination of alcoholic strength by volume of spirit drinks of viti-vinicultural origin: General remarks
- OIV-MA-BS-03 Reference method for the determination of real alcoholic strength by volume of spirit drinks of viti-vinicultural origin: measurement by pycnometry
- OIV-MA-BS-04 Reference method for the determination of real alcoholic strength by volume of spirit drinks of viti-vinicultural origin: measurement by electronic densimetry (based on the resonant frequency oscillation of a sample in an oscillating cell)
- OIV-MA-BS-05 Reference method for the determination of real alcoholic strength by volume of spirit drinks of viti-vinicultural origin: Measurement by densimetry using hydrostatic balance
- OIV-MA-AS312-01 Alcoholic strength by volume
- ГОСТ 3639-79 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

Заявленная погрешность определения составляет 0.1 %.

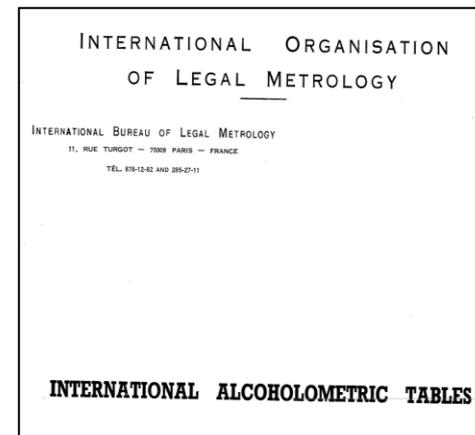
Дистилляция



Измерение плотности



Расчет значения крепости с использованием Международных алкоголетрических таблиц (International Alcoholometric Tables)



Корректное определение крепости этанол содержащих продуктов

Математическая модель

Плотность раствора после смешения **воды** и **безводной части** раствора может быть представлена в следующем виде

$$\rho_S = C_W \cdot \rho_W^{eff} + (1 - C_W) \cdot \sum_{(i)} \rho_i \cdot C_i^*, \quad (1)$$

$$C_i^* = \left(\frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} \right) / \left(\sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} \right), \quad (2)$$

$$\tilde{C}_i = RRF_i \cdot \frac{A_i}{A_{Eth}} \cdot \rho_{Eth}, \quad (3)$$

где ρ_S – плотность раствора, мг/л;

$\rho_W^{eff} = \rho_W \cdot F(C_w)$ – эффективная плотность **воды** в растворе, мг/л;

ρ_W – плотность чистой **воды** при 20 °С, $\rho_W = 998230$ мг/л;

$F(C_w)$ – фактор, учитывающий эффект «увеличения эффективной плотности **воды**»;

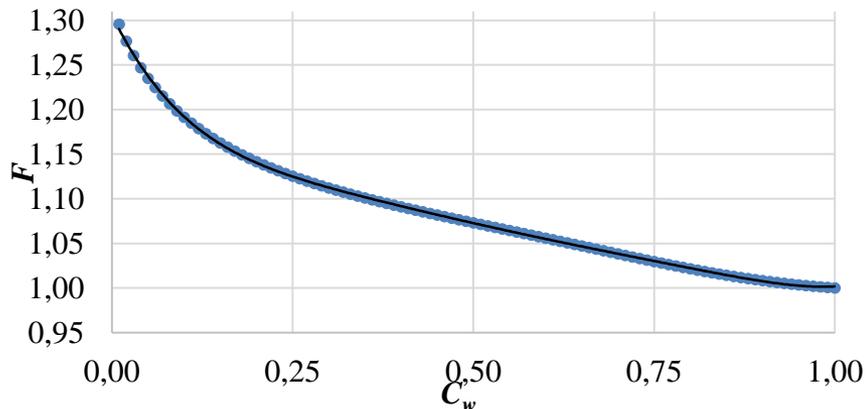
ρ_i – плотность i -го **летучего компонента**, мг/л;

C_i^* – объемная доля i -го **летучего компонента** в **безводной части** раствора;

C_W – объемная доля **воды** в растворе.

$$F(C_w) = aC_w^6 + bC_w^5 + cC_w^4 + dC_w^3 + eC_w^2 + fC_w + g \quad (4)$$

- контракции



Измеритель плотности индифферентен к составу раствора !!!



Этанол
Летучие
компоненты } безводная
часть
Вода

Корректное определение крепости этанолсодержащих продуктов

Алгоритм решения – метод повторных подстановок

$$\rho_S = C_W \cdot \rho_W^{eff} + (1 - C_W) \cdot \sum_{(i)} \rho_i \cdot C_i^*, \quad (1)$$

$$\rho_W^{eff} = \rho_W \cdot F(C_W) \quad (2)$$

$$C_i^* = \left(\frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} \right) / \left(\sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} \right), \quad (3)$$

$$\tilde{C}_i = RRF_i \cdot \frac{A_i}{A_{Eth}} \cdot \rho_{Eth}, \quad (4)$$

$$F(C_W) = aC_W^6 + bC_W^5 + cC_W^4 + dC_W^3 + eC_W^2 + fC_W + g \quad (5)$$

$$C_W = \frac{\rho_S \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i}{\rho_W \cdot F(C_W) \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i} \quad (6)$$

$$C_i = (1 - C_W) \cdot C_i^* \quad (7)$$

$$F(C_W = 1) = 1 \quad (8)$$

$$C_W^{(0)} = \frac{\rho_S \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i}{\rho_W \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i} \quad (9)$$

$$C_i^{(0)} = (1 - C_W^{(0)}) \cdot C_i^* \quad (10)$$

$$C_W^{(j)} = \frac{\rho_S \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i}{\rho_W \cdot F(C_W^{(j-1)}) \cdot \sum_{(i)} \frac{\tilde{C}_i}{\rho_i} - \sum_{(i)} \tilde{C}_i} \quad (11)$$

$$C_i^{(j)} = (1 - C_W^{(j)}) \cdot C_i^* \quad (12)$$

Остановились на 16 итерациях

Determination of Volatile Compounds in Alcohol Products - DVCAP

Standard Solution for determination of RRF													Analyzed Sample												
№	Compound	Компонент	density, mg/l	Conc, mg/l (AA)	Area, nA*min	RF	RRF, Rfi/Rfe	RRF, average	Area, nA*min	Conc, mg/l (AA)	Conc, mL (WL)	Conc (0), mL/ml (sol)	Conc (1), mL/ml (sol)	Conc (2), mL/ml (sol)	Conc (3), mL/ml (sol)	Conc (4), mL/ml (sol)	Conc (5), mL/ml (sol)	Conc (6), mL/ml (sol)	Conc (7), mL/ml (sol)	Conc (8), mL/ml (sol)	Conc (9), mL/ml (sol)	Conc (10), mL/ml (sol)	Conc (11), mL/ml (sol)	Conc (12), mL/ml (sol)	
1	acetaldehyde	ацетальдегид	788000	1014	6.39	158.6	1.924	1.941	0.01	0.152	0.0000002	0.000000463	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000076	#####	#####	#####	0.000000771	#####	#####	#####	0.000000771	0.000000771
2	isobutyraldehyde	изобутиральдегид	793800					1.109	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
3	ethyl formate	этилформиат	916800					1.321	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
4	acetone	ацетон	789900	1027	10.58	97.1	1.178	1.300	0.01	0.093	0.0000001	0.000000283	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000047	#####	0.000000047	#####	0.000000047	0.000000047	0.000000047	0.000000047	0.000000047	0.000000047
5	diethylformal	этилформиат	917000	1196	7.02	170.4	2.067	1.166	0.01	0.163	0.0000002	0.000000427	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000070	#####	0.000000071	#####	0.000000071	0.000000071	0.000000071	0.000000071	0.000000071	0.000000071
6	methyl acetate	метилацетат	932000					1.541	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
7	ethyl acetate	этилацетат	902000	3511	37.40	93.9	1.139	1.085	0.01	0.090	0.0000001	0.000000239	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000039	#####	0.000000040	#####	0.000000040	0.000000040	0.000000040	0.000000040	0.000000040	0.000000040
8	2-butanone	2-бутанон	805000	1053	13.28	79.3	0.962	0.900	0.01	0.076	0.0000001	0.000000226	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000037	#####	0.000000038	#####	0.000000038	0.000000038	0.000000038	0.000000038	0.000000038	0.000000038
9	methanol	метанол	792800	6185	44.38	139.4	1.691	1.347	0.01	0.133	0.0000002	0.000000404	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000067	#####	0.000000067	#####	0.000000067	0.000000067	0.000000067	0.000000067	0.000000067	0.000000067
10	2-propanol	2-пропанол	785000	1027	10.80	95.1	1.153	0.861	0.01	0.091	0.0000001	0.000000278	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000046	#####	0.000000046	#####	0.000000046	0.000000046	0.000000046	0.000000046	0.000000046	0.000000046
11	ethanol	этанол	789270	789300	9575.9	82.4	1.000	1.000	10000.00	789300	0.999998	0.2401231998	0.329586	0.370542	0.388048	0.395213650	#####	0.399234466	#####	0.399869046	0.399940401	0.399968666	0.399979861	0.399984294	0.399984294
12	diacetyl	диацетил	990000					2.019	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
13	2-butanol	2-бутанол	806300					0.853	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
14	1-propanol	1-пропанол	804000	1040	13.27	78.4	0.951	0.717	0.01	0.075	0.0000001	0.000000224	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000037	#####	0.000000037	#####	0.000000037	0.000000037	0.000000037	0.000000037	0.000000037	0.000000037
15	isobutanol	изобутанол	890000	1287	12.17	105.7	1.283	0.604	0.01	0.101	0.0000001	0.000000273	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000045	#####	0.000000045	#####	0.000000045	0.000000045	0.000000045	0.000000045	0.000000045	0.000000045
16	isoamyl acetate	изоамилацетат	980000	1274	2.85	447.6	5.430	0.707	0.01	0.429	0.0000004	0.0000001050	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000173	#####	0.000000175	#####	0.000000175	0.000000175	0.000000175	0.000000175	0.000000175	0.000000175
17	1-butanol	1-бутанол	870000	1131	14.50	78.0	0.946	0.840	0.01	0.075	0.0000001	0.000000206	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000034	#####	0.000000034	#####	0.000000034	0.000000034	0.000000034	0.000000034	0.000000034	0.000000034
18	isoamylol	изоамилон	880000	1144	14.03	81.5	0.989	0.607	0.01	0.078	0.0000001	0.000000213	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000035	#####	0.000000035	#####	0.000000035	0.000000035	0.000000035	0.000000035	0.000000035	0.000000035
19	ethylcaproate	этилкапроат	876000	1131	14.93	75.7	0.919	0.890	0.01	0.073	0.0000001	0.000000199	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000033	#####	0.000000033	#####	0.000000033	0.000000033	0.000000033	0.000000033	0.000000033	0.000000033
20	hexanol	гексанол	802000	1040	15.88	65.5	0.795	0.600	0.01	0.063	0.0000001	0.000000188	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000031	#####	0.000000031	#####	0.000000031	0.000000031	0.000000031	0.000000031	0.000000031	0.000000031
21	ethylactate	этилактат	810000	1053	14.95	70.4	0.855	1.908	0.01	0.067	0.0000001	0.000000200	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000033	#####	0.000000033	#####	0.000000033	0.000000033	0.000000033	0.000000033	0.000000033	0.000000033
22	ethylcaprylate	этилкаприлат	868000					0.700	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
23	2-phenylethanol	2-фенилэтанол	1020000					0.850	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
24	ethyl hexanoate	этилгексаноат	903000					0.679	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
25	cyclohexanol	циклогексаноол	962400					0.553	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
26	ethyl octanoate	этилоктаноат	867000					0.627	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
27	ethyl decanoate	этилдеканоат	862000					0.618	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
28	benzyl alcohol	бензиловый спирт	1041900					0.715	0.01	0.000	0.0000000	0.000000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000000	#####	0.000000000	#####	#####	#####	#####	#####	#####	0.000000000
29	phenylethanol	фенилэтанол	814000	1053	16.00	65.8	0.799	0.559	0.01	0.063	0.0000001	0.000000186	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000031	#####	0.000000031	#####	0.000000031	0.000000031	0.000000031	0.000000031	0.000000031	0.000000031
30	water	вода	998230																						
31	ethanol, % (v/v)					(по Таблицам водно-спиртовым)			40.0			39.26													
32	Sample density	плотность образца							948060			-0.001													

Компьютерная программа размещена в интернете в свободном доступе <https://elab.inpnet.net/article/747>

Determination of Volatile Compounds in Alcohol Products - DVCAP

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	AD
1												
2	Determination of RRF									Analyzed Sample		
3												
4	№	Compound	Компонент	density, mg/l	Conc, mg/l (AA)	Peak area, a.u.	RF	RRF, customized	RRF, tabulated	Peak area, a.u.	Conc, mg/l (AA)	Conc, ml/ml (sol), %
5	1	acetaldehyde	ацетальдегид	788000	334.63	2.49	134.4	1.921	1.941	97.00	114.300	0.0064044
6	2	isobutyraldehyde	изобутиральдегид	793800					1.109		0.000	0.0000000
7	3	ethyl formate	этилформиат	916800					1.321		0.000	0.0000000
8	4	aceton	ацетон	789900					1.300		0.000	0.0000000
9	5	diethylformal	этилформиат	917000					1.166		0.000	0.0000000
10	6	methyl acetate	метилацетат	932000	491.68	5.21	94.4	1.348	1.541	11.16	971.000	0.0460006
11	7	ethyl acetate	этилацетат	902000	475.79	6.83	69.6	0.995	1.085	89.02	911.800	0.0446327
12	8	2-butanone	2-бутанон	805000					0.900		0.000	0.0000000
13	9	methanol	метанол	792800	537.27	6.16	87.2	1.245	1.347	93.57	10602.7	0.5904905
14	10	2-propanol	2-пропанол	785000	524.46	9.46	55.4	0.792	0.861		0.000	0.0000000
15	11	ethanol	этанол	789270	789300	11276.0	70.0	1.000	1.000	8652.5	789300	44.1547070
16	12	diacetyl	диацетил	990000					2.019		0.000	0.0000000
17	13	2-butanol	2-бутанол	806300					0.853		0.000	0.0000000
18	14	1-propanol	1-пропанол	804000	545.91	11.58	47.2	0.674	0.717	62.88	4028.7	0.2212429
19	15	isobutanol	изобутанол	890000	546.19	13.91	39.3	0.561	0.604	27.55	443.000	0.0219773
20	16	2-pentanol	изоамилацетат	980000	63.79	1.70	37.5	0.535	0.707	84.14	0.000	0.0000000
21	17	1-butanol	1-бутанол	870000	531.35	12.44	42.7	0.610	0.840	69.12	39.000	0.0019793
22	18	isoamylol	изоамилл	880000	543.77	13.81	39.4	0.563	0.607	232.03	1600.0	0.0802782
23	19	ethylcaproate	этилкапроат	876000					0.890		0.000	0.0000000
24	20	hexanol	гексанол	802000					0.600		0.000	0.0000000
25	21	ethylactate	этиллактат	810000					1.908		0.000	0.0000000
26	22	ethylcaprylate	этилкаприлат	868000					0.700		0.000	0.0000000
27	23	2-phenylethanol	2-фенилэтанол	1020000					0.850		0.000	0.0000000
28	24	ethyl hexanoate	этилгексаноат	903000					0.679		0.000	0.0000000
29	25	cyclohexanol	циклогексанол	962400					0.553		0.000	0.0000000
30	26	ethyl octanoate	этилоктаноат	867000					0.627		0.000	0.0000000
31	27	ethyl decanoate	этилдеcanoат	862000					0.618		0.000	0.0000000
32	28	benzyl alcohol	бензиловый спирт	1041900					0.715		0.000	0.0000000
33	29	phenylethanol	фенилэтанол	814000					0.559		0.000	0.0000000
34	30	water	вода	998230							54.83	54.83229
35		ethanol, % (v/v)							(по Таблицам водно-спиртовым)	45.0	44.15	
36		sample density, mg	плотность образца							939560	-0.85	

Спиртной напиток «Slivovice». Отличие от истинной крепости составляет 0.85 % абсолютных.

Determination of Volatile Compounds in Alcohol Products - DVCAP

	D	E	F	G	H	I	J	K	L	AD
1										
2	Determination of RRF						☐ОЖБ	Analyzed Sample		
3	Компонент	density, mg/l	Conc, mg/l (AA)	Peak area, a.u.	RF	RRF, customize d	RRF, tabulated	Peak area, a.u.	Conc, mg/l (AA)	Conc, ml/ml (sol), %
4										
5	ацетальдегид	788000	334.63	2.49	134.4	1.921	1.941	581.50	111.0	0.0055168
6	изобутиральдегид	793800					1.109		0.000	0.0000000
7	этилформиат	916800					1.321		0.000	0.0000000
8	ацетон	789900					1.300		0.000	0.0000000
9	этилформиат	917000					1.166		0.000	0.0000000
10	метилацетат	932000	491.68	5.21	94.4	1.348	1.541	345.50	46.30	0.0019455
11	этилацетат	902000	475.79	6.83	69.6	0.995	1.085	11805.00	1167	0.0506696
12	2-бутанон	805000					0.900		0.000	0.0000000
13	метанол	792800	537.27	6.16	87.2	1.245	1.347	98989.00	12252	0.6052440
14	2-пропанол	785000	524.46	9.46	55.4	0.792	0.861	140.00	11.022	0.0005499
15	этанол	789270	789300	11276.0	70.0	1.000	1.000	#####	789300	39.1656655
16	диацетил	990000					2.019		0.000	0.0000000
17	2-бутанол	806300					0.853		0.000	0.0000000
18	1-пропанол	804000	545.91	11.58	47.2	0.674	0.717	62963.15	4216.0	0.2053684
19	изобутанол	890000	546.19	13.91	39.3	0.561	0.604	8140.67	454.00	0.0199781
20	изоамилацетат	980000	63.79	1.70	37.5	0.535	0.707		0.000	0.0000000
21	1-бутанол	870000	531.35	12.44	42.7	0.610	0.840	692.64	42.000	0.0018907
22	изоамилол	880000	543.77	13.81	39.4	0.563	0.607	23250.15	1300.0	0.0578562
23	этилкапроат	876000					0.890		0.000	0.0000000
24	гексанол	802000					0.600		0.000	0.0000000
25	этиллактат	810000					1.908		0.000	0.0000000
26	этилкаприлат	868000					0.700		0.000	0.0000000
27	2-фенилэтанол	1020000					0.850		0.000	0.0000000
28	этилгексаноат	903000					0.679		0.000	0.0000000
29	циклогексанол	962400					0.553		0.000	0.0000000
30	этилоктаноат	867000					0.627		0.000	0.0000000
31	этилдеcanoат	862000					0.618		0.000	0.0000000
32	бензиловый спирт	1041900					0.715		0.000	0.0000000
33	фенилэтанол	814000					0.559		0.000	0.0000000
34	вода	998230							59.89	59.88532
35							(по Таблицам водно-спиртовым)	40.0	39.17	
36	плотность образца							948060	-0.83	

Спиртной напиток «Ракия». Отличие от истинной крепости составляет 0.83 % абсолютных.

Determination of Volatile Compounds in Alcohol Products - DVCAP

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	AD	A
1	Determination of RRF												
2										ЖБ	Analyzed Sample		
3	№	Compound	Компонент	density, mg/l	Conc, mg/l (AA)	Peak area, a.u.	RF	RRF, customized	RRF, tabulated	Peak area, a.u.	Conc, mg/l (AA)	Conc, ml/ml (sol), %	
4													
5	1	acetaldehyde	ацетальдегид	788000	334.63	2.49	134.4	1.921	1.941	1565.35	2097.900	0.2232188	
6	2	isobutyraldehyde	изобутиральдегид	793800					1.109	10.76	38.600	0.0040771	
7	3	ethyl formate	этилформиат	916800					1.321	28.94	70.400	0.0064383	
8	4	acetone	ацетон	789900					1.300	86.10	180.300	0.0191380	
9	5	diethylformal	этилформиат	917000					1.166		17.900	0.0016367	
10	6	methyl acetate	метилацетат	932000	491.68	5.21	94.4	1.348	1.541	0.77	14.500	0.0013044	
11	7	ethyl acetate	этилацетат	902000	475.79	6.83	69.6	0.995	1.085	2995.23	7785.900	0.7237265	
12	8	2-butanone	2-бутанон	805000					0.900	2.80	60.400	0.0062909	
13	9	methanol	метанол	792800	537.27	6.16	87.2	1.245	1.347			0.0000000	
14	10	2-propanol	2-пропанол	785000	524.46	9.46	55.4	0.792	0.861			0.0000000	
15	11	ethanol	этанол	789270	789300	11276.0	70.0	1.000	1.000	29240.73	789300	83.8472290	
16	12	diacetyl	диацетил	990000					2.019			0.0000000	
17	13	2-butanol	2-бутанол	806300					0.853	3.63	78.300	0.0081421	
18	14	1-propanol	1-пропанол	804000	545.91	11.58	47.2	0.674	0.717	155.92	2735.800	0.2852992	
19	15	isobutanol	изобутанол	890000	546.19	13.91	39.3	0.561	0.604	1200.89	17828.700	1.6795846	
20	16	2-pentanol	изоамилацетат	980000	63.79	1.70	37.5	0.535	0.707	20.73	447.600	0.0382945	
21	17	1-butanol	1-бутанол	870000	531.35	12.44	42.7	0.610	0.840	1.31	23.000	0.0022166	
22	18	isoamylol	изоамилол	880000	543.77	13.81	39.4	0.563	0.607	969.95	14400.100	1.3720029	
23	19	ethylcaproate	этилкапроат	876000					0.890	8.81	261.700	0.0250479	
24	20	hexanol	гексанол	802000					0.600		0.000	0.0000000	
25	21	ethyl lactate	этиллактат	810000					1.908		0.000	0.0000000	
26	22	ethylcaprylate	этилкаприлат	868000					0.700		0.000	0.0000000	
27	23	2-phenylethanol	2-фенилэтанол	1020000					0.850		0.000	0.0000000	
28	24	ethyl hexanoate	этилгексаноат	903000					0.679		0.000	0.0000000	
29	25	cyclohexanol	циклогексанол	962400					0.553		0.000	0.0000000	
30	26	ethyl octanoate	этилоктаноат	867000					0.627		0.000	0.0000000	
31	27	ethyl decanoate	этилдеcanoат	862000					0.618		0.000	0.0000000	
32	28	benzyl alcohol	бензиловый спирт	1041900					0.715		0.000	0.0000000	
33	29	phenylethanol	фенилэтанол	814000					0.559	0.36	7.700	0.0007931	
34	30	water	вода	998230							11.76	11.75556	
35		ethanol, % (v/v)					(по Таблицам водно-спиртовым)		87.0		83.85		
36		sample density, mg/l	плотность образца							838870	-3.15		

Продукт переработки бродительного производства – «КГиПП». Отличие от истинной крепости составляет 3.15 % абсолютных.

Информационная поддержка

← → ↻ Не защищено | inp.bsu.by/ethanol/ru/index.html ☆

☰

Метод "Этанол - внутренний стандарт"

🇬🇧 🇷🇺

ТЕОРИЯ МЕТОДА 	ОБУЧАЮЩИЕ ВИДЕО 	ОНЛАЙН КАЛЬКУЛЯТОР LITE 
ПУБЛИКАЦИИ 	АНАЛИЗ АЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ 	ОНЛАЙН КАЛЬКУЛЯТОР PRO 
ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДА В ОДНОЙ ЛАБОРАТОРИИ 	МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ ИСПЫТАНИЯ МЕТОДА 	КОНТАКТЫ 

Техподдержка: <http://www.inp.bsu.by/ethanol/en/index.html> и <http://www.inp.bsu.by/ethanol/ru/index.html>

Государственные и международные стандарты по определению летучих компонентов в алкогольной продукции



OIV-MA-AS312-03A : R2015
OIV-MA-BS-14 : R2009
OIV-MA-AS315-27 : 2016



GB/T 11858-2009



BIS IS 3752:2005(R2009)



Commission Regulation (EC) No. 2870/2000



AOAC Official Methods 972.10/11, 2005



Noorma Mexicana NMX-V-005-NORMEX-2018

Все перечисленные государственные стандарты гармонизированы с Регламентом (ЕС) **2870/2000** и используют традиционный метод внутреннего стандарта



ГОСТ 30536
ГОСТ 31684
ГОСТ 33833
ГОСТ 33834
ГОСТ 33408
ГОСТ 32013
ГОСТ 31811
ГОСТ 14138
ГОСТ 32039
ГОСТ 12280
ГОСТ 13194
ГОСТ 32070
ГОСТ 32036
ГОСТ 10749.3
ГОСТ 10749.6
ГОСТ 10749.13
ГОСТ 10749.14
ГОСТ Р 57893
ГОСТ Р 52363
ГОСТ Р 51999
ГОСТ Р 55878
ГОСТ Р 57893
СТБ ГОСТ Р 51698

В государствах **ЕАЭС** действует одновременно более 20 стандартов, использующих метод внешнего стандарта



Сделано

OIV-MA-AS312-03A - simplification Methanol

Использование предложенного метода обеспечивает высокую достоверность полученных данных, существенно сокращает временные, трудовые, материальные и финансовые затраты. Анализ летучих соединений в спиртных напитках еще никогда не был таким простым. Здесь вы можете ознакомиться с модифицированным текстом официальной методики. Места в текстовом документе, которые необходимо удалить, выделены **желтым цветом**. Текст, который необходимо добавить выделен **зеленым цветом**.

Полную статью об улучшениях можно прочитать, пройдя по ссылке: <https://elab.inpnet.net/article/360>

COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS OF ANALYSIS-OIV Methanol

Type III method **improved**

Methanol

(Resolution Oeno 377/2009, Revised by OIV-OENO 480/2014,
Revised by OIV-OENO 480/2014)

1. Scope of application

This method is applicable to the determination of methanol in wine for concentrations between 50 and 500 mg/L.

2. Principle

Methanol is determined in the distillate, **to which an internal standard is added**, using gas chromatography with a flame ionisation detector (FID). **The ethanol present in the test sample is used as an internal standard.**

3. Reagents and materials

- Type II water, according to ISO standard 3696
 - Ethanol: purity $\geq 96\%$ (CAS no. 64-17-5)
 - Hydrogen: minimum specifications: 99.9999% purity (CAS no. 1333-74-0)
 - Helium: minimum specifications: 99.9999% purity (CAS no. 7440-59-7)
 - Methanol: purity $\geq 99\%$ (CAS no. 67-56-1)
 - 4-Methyl-2-pentanol (internal standard): purity $\geq 98\%$ (CAS no. 108-11-2). Internal standard used in the validation.**
- Note 1: Other internal standards can be used, such as:**
- 1-pentanol: purity $\geq 98\%$ (CAS no. 584-02-1)**
 - 4-methyl-1-pentanol: purity $\geq 98\%$ (CAS no. 626-89-1)**
 - 3-methyl-2-butanone: purity $\geq 98\%$ (CAS no. 1731-34-6)**

OIV-MA-AS312-03A : R2015-23

1

COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS OF ANALYSIS-OIV Methanol

3.7. Reference materials: these may be, for example, wines from laboratory proficiency tests.

3.8. Preparation of working solutions (by way of example):

3.8.1. Approximately 10% v/v aqueous-alcoholic mixture

This mixture should be as close as possible to the alcohol content of the wine to be analysed. Pour 100 mL of ethanol (3.2) into a 1 L calibrated flask (4.2), make up to volume with demineralised water (3.1) and mix.

3.8.2. 10 g/L Internal standard solution

Using an analytical balance (4.1), weigh approximately 1 g of internal standard (3.6) into a 100 mL calibrated flask (4.3) that contains around 60 mL of 10% ethanol solution (3.8.1), so as to minimise evaporation of the internal standard. Make up to volume with the ethanol solution (3.8.1) and mix.

3.8.3. 1 g/L Internal standard solution

Add 10 mL of the 10 g/L internal standard solution (3.8.2), using a pipette (4.6) and make up to 100 mL (4.3) using the 10% v/v hydroalcoholic mixture (3.8.1).

3.8.4. 5 g/L Methanol stock solution

Using an analytical balance (4.1), weigh approximately 500 mg of methanol (3.5) into a 100 mL calibrated flask (4.3) that contains about 60 mL of 10% ethanol solution (3.8.1), so as to minimise evaporation of the methanol. Make up to volume with the ethanol solution (3.8.1) and mix.

3.8.5. Working calibration solutions

By way of example, a method for plotting a calibration curve is outlined below.

OIV-MA-AS312-03A : R2015-23

2

COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS OF ANALYSIS-OIV Methanol

3.7. Reference materials: these may be, for example, wines from laboratory proficiency tests.

3.8. Preparation of working solutions (by way of example):

3.8.1. Approximately 10% v/v aqueous-alcoholic mixture

This mixture should be as close as possible to the alcohol content of the wine to be analysed. Pour 100 mL of ethanol (3.2) into a 1 L calibrated flask (4.2), make up to volume with demineralised water (3.1) and mix.

3.8.2. 10 g/L Internal standard solution

Using an analytical balance (4.1), weigh approximately 1 g of internal standard (3.6) into a 100 mL calibrated flask (4.3) that contains around 60 mL of 10% ethanol solution (3.8.1), so as to minimise evaporation of the internal standard. Make up to volume with the ethanol solution (3.8.1) and mix.

3.8.3. 1 g/L Internal standard solution

Add 10 mL of the 10 g/L internal standard solution (3.8.2), using a pipette (4.6) and make up to 100 mL (4.3) using the 10% v/v hydroalcoholic mixture (3.8.1).

3.8.4. 5 g/L Methanol stock solution

Using an analytical balance (4.1), weigh approximately 500 mg of methanol (3.5) into a 100 mL calibrated flask (4.3) that contains about 60 mL of 10% ethanol solution (3.8.1), so as to minimise evaporation of the methanol. Make up to volume with the ethanol solution (3.8.1) and mix.

3.8.5. Working calibration solutions

By way of example, a method for plotting a calibration curve is outlined below.

OIV-MA-AS312-03A : R2015-23

2

COMPENDIUM OF INTERNATIONAL METHODS OF ANALYSIS-OIV Methanol

A_{MeOH} and A_{IS} are detector responses of methanol and ethanol in the analysed sample.

C_{MeOH} is the quantity of ethanol, given in mg/L.

$$RRP_{\text{MeOH}}^{\text{cal}} = \frac{C_{\text{MeOH}} \text{ (mg/L)} \cdot A_{\text{MeOH}}^{\text{cal}}}{\rho_{\text{EtOH}} \text{ (mg/L)} \cdot A_{\text{EtOH}}^{\text{cal}}}$$

C_{MeOH} and ρ_{EtOH} are detector responses of methanol and ethanol in the calibration solutions, respectively. $A_{\text{MeOH}}^{\text{cal}}$ and $A_{\text{EtOH}}^{\text{cal}}$ is mean concentration of methanol in calibration solutions.

8. Expression of the results

The concentration of methanol may be expressed in mg/L or in mg/100 mL absolute alcohol; in the latter case, the alcohol content by volume of the wine should be determined.

Note 2: mg/100 mL absolute alcohol = mg/L x 10/alcohol content by volume

9. Precision

The data from the international interlaboratory test is outlined in Annex A.

10. Quality control

Internal quality control may be carried out using certified reference materials or wines whose characteristics have been determined from a consensus (3.7). These should be prepared as for the samples (point 5). Participation in proficiency tests is recommended.

11. Report of the results

The results are expressed to the nearest whole number (in accordance with the uncertainty).

12. Bibliography

Compendium of international methods of wine and must analysis. Method OIV-MA-AS312-01A (Alcoholic strength).

OIV-MA-AS312-03A : R2015-23

6



Сделано

EC 2870/2000 – simplification Determination of Volatile Substances and Methanol of Spirit

Места в текстовом документе, которые необходимо удалить, выделены **ЖЕЛТЫМ ЦВЕТОМ**. Текст, который необходимо добавить выделен **ЗЕЛЕНЫМ ЦВЕТОМ**.

Полную статью об улучшениях можно прочитать, пройдя по ссылке: <https://elab.inpnet.net/article/355>

I. DETERMINATION OF VOLATILE SUBSTANCES AND METHANOL OF SPIRIT

1.1. GENERAL REMARKS

1. Definitions

Regulation (EEC) No 1576/89 sets minimum levels of volatile compounds other than ethanol for a series of spirit drinks (rum, spirits of vinicultural origin, fruit spirits, etc.). For this series of drinks only, these levels are conventionally considered to be equivalent to the sum of the concentrations of:

- volatile acids expressed as acetic acid;
- aldehydes expressed as ethanol by the sum of ethanol (acetaldehyde) and the ethanol fraction contained in 1,1-diethoxyethane (acetal);
- the following higher alcohols: propan-1-ol, butan-1-ol, butan-2-ol, 2-methylpropan-1-ol, assayed by individual alcohol and 2-methylbutan-1-ol, and 3-methylbutan-1-ol assayed as individual alcohol or the sum of the two;
- ethyl acetate.

The following are the conventional methods for measuring volatile compounds:

- the volatile acids by means of volatile acidity,
- the aldehydes (ethanal and acetal), ethyl acetate and the alcohols by means of gas chromatography (GPC).

2. Gas chromatographic analysis of volatile compounds

Gas chromatographic assays of volatile compounds other than those set out above may prove particularly interesting as a means of determining both the origin of the raw material used in the distillation and the actual conditions of distillation.

Some spirits contain other volatile components, such as aromatic compounds, which are characteristic of the raw materials used to obtain the alcohol, of the aroma of the spirit drink and of the special features of the preparation of the spirit. These compounds are important for evaluating the requirements set out in Regulation (EEC) No 1576/89.

1.2. GAS CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF VOLATILE CONGENERS: ALDEHYDES, HIGHER ALCOHOLS, ETHYL ACETATE AND METHANOL

1. Scope

This method is suitable for use for the determination of 1,1-diethoxyethane (acetal), 2-methylbutan-1-ol (active amyl alcohol), 3-methylbutan-1-ol (isoamyl alcohol), methanol (methyl alcohol), ethyl acetate (ethyl acetate), butan-1-ol (n-butanol), butan-2-ol (sec-butanol), 2-methylpropan-1-ol (isobutyl alcohol), propan-1-ol (n-propanol) and ethanol (acetaldehyde) in spirit drinks using gas chromatography. The method uses an internal standard, for example pentan-3-ol. The concentrations of the analytes are expressed as grams per 100 litres of absolute alcohol; the alcoholic strength of the product must be determined prior to analysis. The spirit drinks that can be analysed using this method include whisky, brandy, rum, wine spirit, fruit spirit and grape marc spirit.

2. Normative References

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.

3. Definition

Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation, distillation and maturation of spirit drinks.

4. Principle

Congeners in spirit drinks are determined by direct injection of the spirit drink, or appropriately diluted spirit drink, into a gas chromatograph.

7a

1. Scope and applicability

This method is suitable for the determination of volatile congeners in spirit drinks. It is applicable to the determination of volatile congeners in spirit drinks with an alcoholic strength of 20 to 60 % vol.

2. Normative references

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.

3. Definition

Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation, distillation and maturation of spirit drinks.

4. Principle

Congeners in spirit drinks are determined by direct injection of the spirit drink, or appropriately diluted spirit drink, into a gas chromatograph.

Compound	Retention time
Methanol (1)	1.0
Ethyl acetate (2)	1.5
Propan-1-ol (3)	2.0
Butan-1-ol (4)	2.5
Butan-2-ol (5)	3.0
2-Methylpropan-1-ol (6)	3.5
3-Methylbutan-1-ol (7)	4.0
Pentan-3-ol (8)	4.5
Hexan-3-ol (9)	5.0
Heptan-3-ol (10)	5.5
Octan-3-ol (11)	6.0
Nonan-3-ol (12)	6.5
Dodecan-3-ol (13)	7.0

7a

1. Scope and applicability

This method is suitable for the determination of volatile congeners in spirit drinks. It is applicable to the determination of volatile congeners in spirit drinks with an alcoholic strength of 20 to 60 % vol.

2. Normative references

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.

3. Definition

Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation, distillation and maturation of spirit drinks.

4. Principle

Congeners in spirit drinks are determined by direct injection of the spirit drink, or appropriately diluted spirit drink, into a gas chromatograph.

5. Apparatus and equipment

5.1. Gas chromatograph with a flame ionization detector (FID) and a column of 100% dimethylsiloxane (OV-17).

5.2. Inlet system with a split ratio of 10:1.

5.3. Carrier gas: nitrogen or helium.

5.4. Oven temperature: 150 °C.

5.5. Detector temperature: 250 °C.

5.6. Sample injection volume: 1 µl.

6. Reagents and materials

6.1. Internal standard: pentan-3-ol.

6.2. Reference standards: pure congeners.

6.3. Solvent: ethanol.

7. Procedure

7.1. Preparation of standards and samples.

7.2. Calibration.

7.3. Analysis of samples.

7.4. Calculation of results.

7b

1. Scope and applicability

This method is suitable for the determination of volatile congeners in spirit drinks. It is applicable to the determination of volatile congeners in spirit drinks with an alcoholic strength of 20 to 60 % vol.

2. Normative references

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.

3. Definition

Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation, distillation and maturation of spirit drinks.

4. Principle

Congeners in spirit drinks are determined by direct injection of the spirit drink, or appropriately diluted spirit drink, into a gas chromatograph.

5. Apparatus and equipment

5.1. Gas chromatograph with a flame ionization detector (FID) and a column of 100% dimethylsiloxane (OV-17).

5.2. Inlet system with a split ratio of 10:1.

5.3. Carrier gas: nitrogen or helium.

5.4. Oven temperature: 150 °C.

5.5. Detector temperature: 250 °C.

5.6. Sample injection volume: 1 µl.

6. Reagents and materials

6.1. Internal standard: pentan-3-ol.

6.2. Reference standards: pure congeners.

6.3. Solvent: ethanol.

7. Procedure

7.1. Preparation of standards and samples.

7.2. Calibration.

7.3. Analysis of samples.

7.4. Calculation of results.

7b

1. Scope and applicability

This method is suitable for the determination of volatile congeners in spirit drinks. It is applicable to the determination of volatile congeners in spirit drinks with an alcoholic strength of 20 to 60 % vol.

2. Normative references

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.

3. Definition

Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation, distillation and maturation of spirit drinks.

4. Principle

Congeners in spirit drinks are determined by direct injection of the spirit drink, or appropriately diluted spirit drink, into a gas chromatograph.

5. Apparatus and equipment

5.1. Gas chromatograph with a flame ionization detector (FID) and a column of 100% dimethylsiloxane (OV-17).

5.2. Inlet system with a split ratio of 10:1.

5.3. Carrier gas: nitrogen or helium.

5.4. Oven temperature: 150 °C.

5.5. Detector temperature: 250 °C.

5.6. Sample injection volume: 1 µl.

6. Reagents and materials

6.1. Internal standard: pentan-3-ol.

6.2. Reference standards: pure congeners.

6.3. Solvent: ethanol.

7. Procedure

7.1. Preparation of standards and samples.

7.2. Calibration.

7.3. Analysis of samples.

7.4. Calculation of results.



National Standard of People's Republic of China GB/T 11858-2008 – simplification

Места в текстовом документе, которые необходимо удалить, выделены **желтым цветом**. Текст, который необходимо добавить выделен **зеленым цветом**.

Полную статью об улучшениях можно прочитать, пройдя по ссылке: <https://elab.inpnet.net/article/356>

GBT 11858-2008 Vodka



National Standards of People's Republic of China

GB/T 11858-2008

National Food Safety Standards

Vodka

Issued on: 2008-10-19

Implemented on: 2009-06-01

Issued by the General Administration of Supervision, Inspections and Quarantine of the People's Republic of China and National Standardization Management Committee

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

5.3.6 Precision
Discrepancies between the results of two independent tests conducted under iterative conditions and the average value of the test results should not exceed the 2% range.

5.4 Total Aldehyde

5.4.1 Gas Chromatography Method

5.4.1.1 Principle
Channel vaporized sample along with the carrier gas into the chromatography column and then perform separation of individual components that are meant to be measured by the process of leveraging on the differences of carbon coefficients between components while traveling between the test phases (gas-liquid) and the consequential discrepancies between the migration speeds of each component within the column. Separated components will flow out of the chromatography column in a specific order into the hydrogen flame ionization detector. Conduct qualitative analysis by comparing sample standard values with the retention values of the peaks of individual components illustrated on the resultant chromatograph, quantify by internal standard method with the use of peak area (or peak height).

5.4.1.2 Apparatus

5.4.1.2.1 Gas Chromatography: With hydrogen flame ionization detector (FID).
5.4.1.2.2 Chromatography Column: PEG20M cross-linked, quartz capillary chromatography column, column length 25m-50m, inner diameter 0.25mm. Or any other capillary chromatography column with equal effect of sample.
5.4.1.2.3 Micro Injector: 10 µL.
5.4.1.2.4 Reagents and Solutions
5.4.1.2.4.1 40% Ethanol Solution: Mix ethanol (chromatographically pure) with water.
5.4.1.2.4.2 Acetaldehyde Solution (2%) Use as standard sample. Extract 2 mL acetal (chromatographically pure) and then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL.
5.4.1.2.4.3 Isobutanol Solution (2%) Use as internal standard. Extract 2 mL isobutanol (chromatographically pure) and then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL.
5.4.1.2.4.4 Chromatographic Conditions
Carrier Gas (Nitrogen Gas of High Purity): Flow rate at 0.5 mL/min-1.0 mL/min, diversion ratio -37:1, make up gas flow rate at about 20 mL/min-30 mL/min.
Hydrogen Gas: Flow rate at 33 mL/min.
Air: Flow at 400 mL/min.
Temperature of Detector (T_d): 220°C.
Temperature of Sample Inlet (T_i): 220°C.

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

In the formula:
X_i – Total acetaldehyde content, unit is milligram per liter (mg/L).
V_i – Volume of iodine standard reagent used on the control experiment, unit is milliliter (mL).
V_s – Volume of iodine standard reagent used on the sample, unit is milliliter (mL).
C – Concentration of the iodine standard reagent, unit is mol per liter (mol/L).
Z – Molar mass value of iodine, unit is mol per gram (mol) [M(2) + 2].
V – Volume of sample absorbed, unit is milliliter (mL).
X_i – Total acetaldehyde content in a liter of 100% ethanol of the sample, unit is milligram per liter (mg/L).
E – Actual alcohol content of sample determined.
Result should be presented in one decimal place format.

5.4.2.7 Precision
Discrepancies between the results of two independent tests conducted under iterative conditions and the average value of the test results should not exceed the 10% range.

5.5 Total Ester

5.5.1 Gas Chromatography Method

5.5.1.1 Principle
Same as 5.4.1.1.

5.5.1.2 Apparatus
Same as 5.4.1.2.

5.5.1.3 Reagents and Solutions

5.5.1.3.1 40% Ethanol Solution: Mix ethanol (chromatographically pure) with water.
5.5.1.3.2 Ethyl Acetate Solution (2%) Use as standard sample. Extract 2 mL ethyl acetate (chromatographically pure), then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL volume.
5.5.1.3.3 Isobutanol Solution (2%) Use as internal standard. Extract 2 mL isobutanol (chromatographically pure), then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL volume.

5.5.1.4 Chromatographic Conditions
Same as 5.4.1.4.

5.5.1.5 Analysis Procedure
Entirety of the analysis operation procedure is the same as what is described in section 5.4.1.5, with the

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

Column Temperature (T_c): Initial temperature at 70°C. Maintain temperature for 3 mins and then systematically increase the temperature at 0°C/min to 100°C. Maintain temperature for another 10 mins.

The flow rate of carrier gas, hydrogen and air may differ according to different chromatographic conditions between apparatus used. Experiments should be conducted to determine the best operating conditions, with the end goal of complete separation of internal standard peak and individual peaks of each component present in the alcohol sample achieved as the basis.

5.4.1.5.1 Analysis Procedure

5.4.1.5.1.1 Determination of Calibration Factor (F value)
Extract 1.00 mL acetaldehyde solution (as prepared in 5.4.1.3.2) and transfer into a 100 mL volumetric flask. Add 2.00 mL isobutanol solution (as prepared in 5.4.1.3.3) thereafter into the flask and then dilute the mixture with 40% ethanol solution to full. The concentration of acetaldehyde (standard) should both be 0.02%, and the concentration of isobutanol (internal standard) should both be 0.02%. Then inject the sample with a micro injector, where the amount of sample injected will be dependent on the sensitivity of the apparatus. Make records of the retention time of acetaldehyde and the internal standard peak. Then inject the sample with a micro injector, as well as their individual peak area (or peak height). Use these values to calculate the relative calibration factor (F value) of acetaldehyde.

The relative calibration factor (F value) of acetaldehyde is calculated according to experience value, at about 0.37.

5.4.1.5.2 Determination of Sample Solution
Extract 10.0 mL of alcohol sample directly into a 100 mL volumetric flask and then add 0.50 mL isobutanol solution (prepared as 5.4.1.3.3) as internal standard sample in order the same conditions as the value test and then determine the positions of acetaldehyde and isobutanol according to the retention time. Determine the peak area (or peak height) of the acetaldehyde and isobutanol and internal standard peak (or height), compute the difference between peak areas (or peak heights) and calculate the proportion of acetaldehyde (or isobutanol) in the sample respectively, with acetaldehyde as the basis of measurement.

5.4.1.5.3 Result Calculation

a) Calibration Factor (F value) can be calculated with the following formula (6):
$$F = \frac{A_1 \cdot A_2}{A_2 \cdot A_1} \quad (6)$$

b) Acetaldehyde (or Acetal) content in the sample can be calculated with the following formula (7):
$$X_i = F \cdot \frac{A_1}{A_2} \cdot V_i \quad (7)$$

c) Acetaldehyde (or Acetal) content in a liter of 100% ethanol can be calculated with the following formula (8):
$$X_i = \frac{X_i}{E} \quad (8)$$

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

5.5.2.3 Ethyl Acetate Series Standard Reagent: Use a micro burette to extract volumes of 0.0 mL, 0.75 mL, 1.5 mL, 2.25 mL, 3.0 mL, 4.5 mL ethyl acetate standard storage reagent (prepared as in 5.5.2.3.1) into individual 100 mL volumetric flasks respectively. Dilute each solution with 40% ethanol solution till each flask is full and mix evenly. These newly formulated standard reagents should contain ethyl acetate at 0.0 mg/L, 2.50 mg/L, 5.00 mg/L, 7.50 mg/L, 10.00 mg/L, and 15.00 mg/L.

5.5.2.4 Analysis Procedure

5.5.2.4.1 Preparation of Sample Solution
If alcohol sample does not contain any other substances, take sample directly during tests. Otherwise, distill the sample before any further tests.

5.5.2.4.2 Standard Curve Illustration
Extract 2.0 mL of each of the ethyl acetate series of standard reagents and place them individually in a 25 mL colorimetric tube with stopper. Add 2.0 mL hydroxylamine hydrochloride solution (prepared as in 5.5.2.3.1) and 2.0 mL sodium hydroxide solution (prepared as in 5.5.2.3.2), mix evenly and let settle for the next 10 mins. Thereafter, add 2.0 mL hydrochloric acid solution (prepared as in 5.5.2.3.3), mix evenly. Then add 20 mL ferric chloride solution (prepared as in 5.5.2.3.4), mix evenly again. Use as 1 cm cuvette, reactantials to jars with a control tube and then determine the light absorbance of each under a wavelength of 520 nm. Plot the standard curve.

5.5.2.4.3 Determination of Sample Solution
Extract 2.0 mL sample solution (prepared as in 5.5.2.4.1) into a 25 mL colorimetric tube with stopper and then operate in the same manner as in section 5.5.2.4.2. Determine the ethyl acetate content on the standard curve and that will be the later ester content. Alternatively, use linear regression to calculate the total ester content.

5.5.2.5 Precision
Discrepancies between the results of two independent tests conducted under iterative conditions and the average value of the test results should not exceed the 10% range.

5.6 Methanol

5.6.1 Principle
Same as 5.4.1.1.

5.6.2 Apparatus
Same as 5.4.1.2.

5.6.3 Reagents and Solution

5.6.3.1 40% Ethanol Solution: Mix ethanol (chromatographically pure) with water.
5.6.3.2 Methanol Solution (2%) Use as standard sample. Extract 2 mL methanol (chromatographically pure), then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL volume.
5.6.3.3 Isobutanol Solution (2%) Use as internal standard. Extract 2 mL isobutanol (chromatographically pure), then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL volume.

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

Total aldehyde (acetaldehyde) content in a liter of 100% ethanol can be calculated with the following formula (9):
$$X_i = X_i + X_i \cdot 0.37 \quad (9)$$

In the formula:
F – Relative calibration factor of acetaldehyde (or acetal).
A₁ – Peak area (or peak height) of the internal standard (isobutanol) during the determination of standard sample value.
A₂ – Peak area (or peak height) of acetal during the determination of standard sample value.
d – Relative concentration of acetaldehyde (or acetal) in the standard sample.
d₁ – Relative concentration of isobutanol (internal standard) in the standard sample.
X_i – Acetaldehyde (or Acetal) content in sample.
X₁ – Acetaldehyde (or Acetal) content in sample.
A₁ – Peak area (or peak height) of acetaldehyde (or acetal) in sample.
A₂ – Peak area (or peak height) of internal standard (isobutanol) in sample.
X₁ – Actual standard (isobutanol) content in the standard sample.
X₂ – Actual standard (isobutanol) content in the sample, unit is milligram per liter (mg/L).
X₃ – Acetaldehyde (or Acetal) content in a liter of 100% ethanol in the sample, unit is milligram per liter (mg/L).
0.37 – Conversion coefficient of acetal to acetaldehyde.

5.4.1.7 Precision
Discrepancies between the results of two independent tests conducted under iterative conditions and the average value of the test results should not exceed the 10% range.

5.4.2 Isidimetry

5.4.2.1 Principle

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

5.6.4 Chromatographic Conditions
Same as 5.4.1.4.

5.6.5 Analysis Procedure
Entirety of the analysis operation procedure is the same as what is described in section 5.4.1.5, with the specific exception that the standard sample used will be replaced by methanol solution (prepared as in 5.6.3.2) instead.

5.6.6 Result Calculation
Same as 5.4.1.6.

5.6.7 Precision
Same as 5.4.1.7.

5.7 High Quality Alcohol

5.7.1 Principle
Same as 5.4.1.1.

5.7.2 Apparatus
Same as 5.4.1.2.

5.7.3 Reagents and Solutions

5.7.3.1 40% Ethanol Solution: Mix ethanol (chromatographically pure) with water.
5.7.3.2 Isobutanol Solution (2%) Use as standard sample. Extract 2 mL isobutanol (chromatographically pure), then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL volume.
5.7.3.3 Isobutanol Ethanol Solution (2%) Use as internal standard. Extract 2 mL isobutanol (chromatographically pure), then dilute it with 40% ethanol solution till it reaches 100 mL volume.

5.7.4 Chromatographic Conditions
Same as 5.4.1.4.

5.7.5 Analysis Procedure
Entirety of the analysis operation procedure is the same as what is described in section 5.4.1.5, with the specific exception that the standard sample used will be replaced by isobutanol solution (prepared as in 5.7.3.2) and internal standard used will be replaced by isobutanol ethanol solution (prepared as in 5.7.3.3) instead.

5.7.6 Result Calculation
Same as 5.4.1.6, determine total content of isobutanol and isobutanol ethanol.

Copyright © 2015 The Sovereign Group All Rights Reserved

BIS IS 3752:2005(R2009) - simplification Alcoholic Drinks - Methods of Test

Места в текстовом документе, которые необходимо удалить, выделены **желтым цветом**. Текст, который необходимо добавить выделен **зеленым цветом**.

Полную статью об улучшениях можно прочитать, пройдя по ссылке: <https://elab.inpnet.net/article/359>



इंटरनेट मानक

Disclosure to Promote the Right To Information

Whereas the Parliament of India has set out to provide a practical regime of right to information for citizens to secure access to information under the control of public authorities, in order to promote transparency and accountability in the working of every public authority, and whereas the attached publication of the Bureau of Indian Standards is of particular interest to the public, particularly disadvantaged communities and those engaged in the pursuit of education and knowledge, the attached public safety standard is made available to promote the timely dissemination of this information in an accurate manner to the public.

“ज्ञानने का अधिकार, जीने का अधिकार”
Mazdoor Kisan Shakti Sangathan
“The Right to Information, The Right to Live”

“पुराने को छोड़ नये के तरफ”
Jawaharlal Nehru
“Step Out From the Old to the New”

IS 3752 (2005): Alcoholic Drinks - Methods of test [FAD 14: Drinks and Carbonated Beverages]



“ज्ञान से एक नये भारत का निर्माण”
Satyanarayan Gangaram Pitroda
“Invent a New India Using Knowledge”

“मान एक ऐसा खजाना है जो कभी चुराया नहीं जा सकता है”
Bhartrhari—Nīsitakām
“Knowledge is such a treasure which cannot be stolen”

Made Available By
Public.Resource.Org

IS 3752: 2005

Methanol = $\frac{A_s \times C \times D \times 1000 \times 100}{A \times S}$

where
 A_s = absorbance for sample solution;
 C = concentration of methanol standard solution, g/ml;
 D = dilution factor for sample solution;
 A = absorbance for methanol standard solution; and
 S = ethanol content of liquor sample in percent (v/v).

16.2 Gas Chromatographic Method

16.2.1 Apparatus

a) Gas chromatograph and operating parameters — Gas chromatograph equipped with flame ionization detector and split injection port and fixed with a capillary column of HP Carbowax 20M or equivalent having the dimensions of 25 m length, 0.32 mm ID and 0.30 μ m film thickness. The split ratio will be approximately 1:40 with nitrogen or helium as a carrier gas at the flow rate of about 1.7 ml/min. The detector and injector port temperatures may be maintained at about 250°C. Keep the oven temperature at 45°C for 4 min, raise to 100°C/min at the rate of 10°C/min and finally to 200°C for 10 min at the rate of 15°C.

NOTE — Optimum operating conditions may vary with column and instrument used and must be determined by using standard solutions. Adjust the parameters for maximum peak sharpness and optimum separation. With high level standard, prepared should give almost complete baseline separation from ethanol.

b) Syringe — 10 μ l, Hamilton Co. No 701, or equivalent.

16.2.2 Reagents

a) Ethanol — Methanol-free.

b) Internal standard (0.5 percent (v/v) ethanol in 99.5 percent (v/v) absolute methanol-free).

NOTE — Optimum operating conditions may vary with column and instrument used and must be determined by using standard solutions. Adjust the parameters for maximum peak sharpness and optimum separation. With high level standard, prepared should give almost complete baseline separation from ethanol.

16.2.3 Procedure

Transfer 5 ml of sample into a 10 ml stoppered test tube, add 1 ml of prepared internal standard solution and mix well. Inject 2 μ l of methanol standard solution into chromatograph and record the chromatogram. Adjust the operating parameters and attenuation to obtain measurable peaks (at least 2% percent of full-scale deflection). Determine the retention time of methanol and **propyl acetate**. Inject 2 μ l sample solution into chromatograph and record the chromatogram (adjust observation, if necessary).

16.2.4 Calculation

Calculate methanol content in grams per 100 liters of absolute alcohol as follows:

$$\text{Methanol} = \frac{R_s \times C \times D \times 1000 \times 100}{R \times S}$$

where
 R_s = peak ratio of methanol to **propyl acetate** for sample solution;
 R = peak ratio of methanol to **propyl acetate** for standard solution;
 C = concentration of methanol standard solution, g/ml;
 D = dilution factor for sample solution;
 A = peak ratio of methanol to **propyl acetate** for standard solution;
 S = ethanol content of liquor sample in percent (v/v).

IS 3752: 2009

NOTE — Optimum operating conditions may vary with column and instrument used and must be determined by using standard solutions. Adjust the parameters for maximum peak sharpness and optimum separation. With high level standard, prepared should give almost complete baseline separation from ethanol.

A-1.1.2 Syringe — 10 μ l, Hamilton Co. No 701, or equivalent.

A-1.1.3 Reagents

a) Internal standard (0.5 percent (v/v) ethanol in 99.5 percent (v/v) absolute methanol-free).

b) Ethanol — Methanol-free.

c) Methanol

d) Acetaldehyde

e) Ethyl acetate

f) n-Propyl acetate

g) Iso-amyl alcohol

h) Iso-butanol

i) Ethyl propionate

j) Ethyl acetate

k) n-Butanol

l) Iso-amyl acetate

m) n-Butanol

n) Iso-amyl alcohol

A-1.1.4 Preparation of Standard Mixture

Transfer accurately a known quantity of about 5.0 g of the reagents listed from A-1.1.3(a) to A-1.1.3(n) in a different 100 ml volumetric flask and dilute to volume with 40 percent (v/v) ethanol (methanol-free). Transfer 1.0 ml of each of the resulting solutions into a 10 ml stoppered test tube. This mixture will give approximately 500 ppm of each of component listed above.

A-1.1.4.1 Preparation of working standard mixture

Transfer 5 ml of standard mixture (see A-1.1.4) into a 10 ml stoppered test tube, add 1 ml of internal standard solution (see A-1.1.4.1.1) and mix well.

A-1.1.5 Procedure

NOTE — Identify the individual components by injecting respective component standard solutions in the gas chromatograph and record the retention times.

A-2.1.6 Calculation

Calculate the individual component in grams per 100 liters of absolute alcohol as follows:

$$\text{Individual component} = \frac{R_s \times C \times D \times 1000 \times 100}{R \times S}$$

where
 R_s = peak ratio of respective individual component (with respect to standard) to **propyl acetate** for sample solution;
 R = peak ratio of respective individual component in standard solution, in **g/ml**, to **propyl acetate** for standard solution;
 C = concentration of respective individual component in standard solution, in **g/ml**, to **propyl acetate** for standard solution;
 D = dilution factor for sample solution;
 A = peak ratio of respective individual component to **propyl acetate** for standard solution;
 S = ethanol content of liquor sample in percent (v/v).

IS 3752: 2005

ANNEX A
Clause 11

ESTIMATION OF ESTERS, HIGHER ALCOHOLS, ALDEHYDES, FURFURAL AND METHANOL BY GAS CHROMATOGRAPHIC METHOD

A.1 DETAILED GAS CHROMATOGRAPHIC METHOD

A.1.1 Apparatus

A-1.1.1 Gas chromatograph and operating parameters — Gas chromatograph equipped with flame ionization detector and split injection port and fixed with a capillary column of HP Carbowax 20M or equivalent having the dimensions of 25 m length, 0.32 mm ID and 0.30 μ m film thickness. The split ratio will be approximately 1:40 with nitrogen or helium as a carrier gas at the flow rate of about 1.7 ml/min. The detector and injector port temperatures may be maintained at about 250°C. Keep the oven temperature at 45°C for 4 min, raise to 100°C/min at the rate of 10°C/min and finally to 200°C for 10 min at the rate of 15°C/min.

NOTE — Optimum operating conditions may vary with column and instrument used and must be determined by using standard solutions. Adjust the parameters for maximum peak sharpness and optimum separation. With high level standard, prepared should give almost complete baseline separation from ethanol.

A-1.1.4 Preparation of Standard Mixture

Transfer accurately a known quantity of about 5.0 g of the reagents listed from A-1.1.3(a) to A-1.1.3(n) in a different 100 ml volumetric flask and dilute to volume with 40 percent (v/v) ethanol (methanol-free). This solution will give approximately 500 ppm of each of component listed above.

A-1.1.4.1 Preparation of working standard mixture

Transfer 5 ml of standard mixture (see A-1.1.4) into a 10 ml stoppered test tube, add 1 ml of internal standard solution (see A-1.1.4.1.1) and mix well.

A-1.1.5 Procedure

NOTE — Identify the individual components by injecting respective component standard solutions in the gas chromatograph and record the retention times.

A-2.1.6 Calculation

Calculate the individual component in grams per 100 liters of absolute alcohol as follows:

$$\text{Individual component} = \frac{R_s \times C \times D \times 1000 \times 100}{R \times S}$$

where
 R_s = peak ratio of respective individual component (with respect to standard) to **propyl acetate** for sample solution;
 R = peak ratio of respective individual component in standard solution, in **g/ml**, to **propyl acetate** for standard solution;
 C = concentration of respective individual component in standard solution, in **g/ml**, to **propyl acetate** for standard solution;
 D = dilution factor for sample solution;
 A = peak ratio of respective individual component to **propyl acetate** for standard solution;
 S = ethanol content of liquor sample in percent (v/v).

IS 3752: 2005

NOTE — Identify the individual components by injecting respective component standard solutions in the gas chromatograph and record the retention times.

A-2.1.6 Calculation

Calculate the individual component in grams per 100 liters of absolute alcohol as follows:

$$\text{Individual component} = \frac{R_s \times C \times D \times 1000 \times 100}{R \times S}$$

where
 R_s = peak ratio of respective individual component (with respect to standard) to **propyl acetate** for sample solution;
 R = peak ratio of respective individual component in standard solution, in **g/ml**, to **propyl acetate** for standard solution;
 C = concentration of respective individual component in standard solution, in **g/ml**, to **propyl acetate** for standard solution;
 D = dilution factor for sample solution;
 A = peak ratio of respective individual component to **propyl acetate** for standard solution;
 S = ethanol content of liquor sample in percent (v/v).

Norma Mexicana NMX-V-005-NORMEX-2013 – simplification Determination de Aldehidos, Esters, Methanol y Alcoholes Superiores. Metodo por cromatografia de Gases

Места в текстовом документе, которые необходимо удалить, выделены **желтым цветом**. Текст, который необходимо добавить выделен **зеленым цветом**.
Полную статью об улучшениях можно прочитать, пройдя по ссылке: <https://elab.inpnet.net/article/358>

**NMX-V-005-NORMEX-2013**
FECHA DE INICIO DE VIGENCIA: 24 DE MARZO DE 2014

5.0 DETERMINACION DE ALDEHIDOS, ESTERES, METANOL Y ALCOHOLES SUPERIORES. METODO POR CROMATOGRAFIA DE GASES

5.1 Fundamento

Este método se basa en los principios de la cromatografía de gases y consiste en la inyección de una pequeña cantidad de la muestra (que contiene una mezcla de sustancias volátiles) en el inyector de un cromatógrafo de gases en el que son vaporizadas y transportadas por un gas inerte a través de una columna empacada o capilar con un líquido de partición que presenta solubilidad selectiva con los componentes de la muestra, ocasionando su separación.

Los componentes que eluyen de la columna pasan uno a uno por el "detector", el cual genera una señal eléctrica proporcional a su concentración, la que es transformada por el registrador, integrador o sistema de manejo de datos en una gráfica llamada cromatograma.

La identificación de cada componente registrado como un pico en el cromatograma, se realiza por inyección del o de los componentes en forma pura y con las mismas características y entidades que se sospecha contiene la muestra, midiendo el tiempo de retención en esas condiciones. También se puede comprobar por adición del componente a la muestra e identificándola nuevamente para apreciar el incremento de altura o área del pico correspondiente.

La cuantificación se puede efectuar por cualquiera de estos tres métodos: normalización, estandarización externa y estandarización interna, siendo este último el único que se describe a continuación:

La cuantificación por estandarización interna consiste en obtener el cromatograma de la muestra estandarizada, adicionada de una Sustancia llamada estándar interno que debe aparecer en un sitio del cromatograma, libre de traslapes y desde luego no debe ser componente de la muestra, aunque es recomendable que sea de la misma naturaleza química y del mismo intervalo de concentración que el componente de la muestra por cuantificar. Deben obtenerse cromatogramas paralelos con soluciones de concentración conocida de cada componente por cuantificar y el estándar interno que sea adecuado muestra y trazar una curva de calibración que tenga por ordenada la relación de concentraciones correspondientes al componente por cuantificar y al estándar interno y en las abscisas la relación de áreas correspondientes al compuesto por cuantificar y a las áreas del estándar interno.

Esta curva sirve para situar en sus ordenadas la relación de áreas correspondientes al componente por cuantificar y el estándar interno del cromatograma de la muestra estandarizada y así ubicar la relación correspondiente de concentraciones.

5.2 Alcance

Este método determina la concentración de aldehídos, ésteres, alcoholes superiores y metanol en bebidas alcohólicas por cromatograma de gases.

5.3 Equipos e instrumentos

Todos los equipos e instrumentos de medición deberán ser calibrados y/o verificados.

1 de 38

**NMX-V-005-NORMEX-2013**
FECHA DE INICIO DE VIGENCIA: 24 DE MARZO DE 2014

5.4.1 acetilbenceno (por la naturaleza volátil y la toxicidad de este compuesto se recomienda usar una ampolla sellada).

5.4.2 Acetil.

5.4.3 Metanol.

5.4.4 Sec-butanol (2-butanol).

5.4.5 n-pentanol (1-pentanol).

5.4.6 n-butanol (1-butanol).

5.4.7 iso-butanol (2-metil-1-butanol).

5.4.8 isoamílico (2-metil-1-butanol).

5.4.9 Anilino Activo(2-metil-1-butanol?) (aplicable en caso de que la columna tenga la separación de este reactivo). Ver 3.7.1.

5.4.10 n-amilo (1-pentanol).

5.4.11 Acetato de etilo.

5.4.12 Lactato de etilo.

5.4.13 **El estándar interno debe ser un compuesto que presente un comportamiento diferente al de la muestra y que no sea un componente de la muestra.**

5.4.14 Bifenilato de sodio o Hidróxido de sodio.

5.4.15 Alcohol etílico grado cromatográfico tipo libre de los compuestos a cuantificar verificado por cromatografía de gases como de muestra.

5.4.16 Solución de alcohol etílico al 40% v/v.
Medir 400 ml de etanol en una probeta y llevar al volumen de 1000 ml con agua, ajustar el pH de 8.2 a 8.5 con bicarbonato de sodio e hidróxido de sodio para evitar la degradación de algunos de los compuestos en un medio ácido.

7 de 38

**NMX-V-005-NORMEX-2013**
FECHA DE INICIO DE VIGENCIA: 24 DE MARZO DE 2014

Con el objeto de obtener cromatogramas confiables debe tomarse en cuenta los siguientes precauciones:

- Acondicionamiento de la columna.
- Limpieza del inyector, detector y columna.
- Detección de fuga del sistema.

Injectar al cromatógrafo la cantidad de muestra apropiada. La cantidad sugerida de inyección es de 1 a 2 μ l.

5.6.6 Preparación de la muestra

A las muestras que requieren reportarse en mg/100 ml de alcohol etílico (AA) se les debe determinar el contenido de alcohol en % Ab. Vol. a 20°C (20°C) de acuerdo a la NMX-V-001-NORMEX vigente.

Para tener resultados confiables en este método prepare las muestras a volúmenes iguales con el estándar interno y a temperatura de 20.0 \pm 0.2°C a 3 \pm 0.5 mm columna y entreprobar adhiriendo la concentración de la muestra a la del estándar interno. La relación de áreas de cada componente debe ser constante que sea el cociente de la suma de las áreas de cada componente por cuantificar y el área del estándar interno.

5.6.7 Curva de calibración

Se requiere mínima cinco niveles sea la elaboración de la curva de e reactivo e inyectar mínimo por duplicado cada nivel para obtener los cromatogramas respectivos y con estos realizar la curva de calibración en el equipo.

5.6.8 Análisis de la muestra

Injectar al cromatógrafo la cantidad adecuada a de muestra para obtener el cromatograma correspondiente.

5.7 Cálculos y resultados

5.7.1 Expresión de resultados

Los resultados se deben expresar en mg de aldehídos, ésteres, alcoholes superiores y metanol referidos a 100 ml de alcohol etílico (mg/100 ml AA) utilizando al menos una cifra decimal. En caso de ser necesario se puede expresar a otras unidades realizando la conversión correspondiente.

Los alcoholes isoamílico y anilino activo pueden expresarse por separado o como la suma de ellos.

5.7.2 Cálculo de relación de concentraciones y de áreas, en la curva de calibración y de la muestra.

Cuando el equipo cuenta con software, este realiza los cálculos en forma automática, basándose en el modelo matemático de regresión lineal:

$$y = mx + b$$

En donde:

Relación de área del compuesto a cuantificar entre el área del estándar interno ($\frac{A_c}{A_s}$)

10 de 38

**NMX-V-005-NORMEX-2013**
FECHA DE INICIO DE VIGENCIA: 24 DE MARZO DE 2014

La adición de la cantidad necesaria de acetilbenceno se puede realizar de las siguientes maneras:

- Medir con una jeringa de preferencia gaseosa, o
- Medir con una pipeta o micropipeta previamente refrigerada, o
- Transferir el contenido de un vial o ampolla sellada, en todos los casos el material debe utilizarse como máximo a 275 K (0°C).

Tapar el matraz y determinar su masa nuevamente, anotar el valor de la masa, agregar solución de etanol al 40 % v/v cercano a la línea de vidrio, mantener en matraz volumen rico en ambiente controlado (por lo menos durante 30 minutos), llevar al baño homogeneizador, la solución e va a utilizar posteriormente en almohaca en refrigeración.

Nota: Todos los reactivo deberán almacenarse de acuerdo a las indicaciones del fabricante.

5.6.3 Preparación de la solución de estandarización

Estimar el contenido de cada componente en el estándar interno.

Para un estándar estandarizado de 100 ml de volumen aproximadamente 50 ml de agua al 40 % v/v, vapor de metanol y alcohol etílico 1 mmol (cantidad de la cantidad exacta de cada uno de ellos, luego y determinar la masa necesaria, agregar solución de etanol al 40 % v/v cercano a la línea de vidrio, y homogeneizar. El etanol de referencia sea un metanol controlado como de referencia 42.8°C (109.2°F) el etanol e homogeneizar.

La concentración de los estándares se establece en la siguiente manera:

Concentración del estándar en mg/100ml-20

En donde:

El volumen del estándar con etanol al 40% v/v y estándar interno.

El volumen del estándar con etanol al 40% v/v y estándar interno.

El volumen del estándar con etanol al 40% v/v y estándar interno.

El volumen del estándar con etanol al 40% v/v y estándar interno.

5.6.4 Preparación de las diluciones de calibración

Para preparar las soluciones de calibración transferir a matrazes volumétricos de 100 ml las cantidades necesarias de la solución concentrada a temperatura controlada del laboratorio para obtener las concentraciones en mg/100 ml recomendadas en la Tabla No. 1, adicionar el volumen requerido de estándar interno. Posteriormente llevar al volumen con la solución de etanol.

Estas soluciones deben guardarse bien tapadas en refrigeración.

17 de 38

**NMX-V-005-NORMEX-2013**
FECHA DE INICIO DE VIGENCIA: 24 DE MARZO DE 2014

La relación de la concentración del analito entre la concentración del estándar interno en mg/100 ml en mg por unidad/Factor de respuesta relativo)

$b =$ intercepto en el origen de la ordenada "y".

Notándose variables:

$$\frac{A_c}{A_s} = \frac{C_c}{C_s} \cdot k$$

Despejando para obtener la concentración del compuesto C_c en mg/100 ml:

$$C_c = \frac{A_c \cdot C_s}{A_s \cdot k}$$

Comparar concentración C_c con el estándar interno.

Concentración en mg/100 ml AA se le debe determinar el contenido de alcohol en % Ab. Vol. a 20°C (20°C) de acuerdo a la NMX-V-001-NORMEX vigente.

En donde:

$$C_c = \frac{A_c \cdot C_s}{A_s \cdot k}$$

Nota: Para el estándar interno se debe utilizar un estándar interno. El estándar debe del mismo volumen. Volumen de muestra empacada en la proporción.

Nota: Para el estándar interno se debe utilizar un estándar interno. El estándar debe del mismo volumen. Volumen de muestra empacada en la proporción.

Nota: Para el estándar interno se debe utilizar un estándar interno. El estándar debe del mismo volumen. Volumen de muestra empacada en la proporción.

5.8.1 Repetibilidad y reproducibilidad

5.8.1.1 Repetibilidad

5.8.1.1 La repetibilidad de los resultados de las mediciones con este método.

24 de 38



Сделано

AOAC Official Method 972.11 - simplification Methanol in Distilled Liquors. Gas Chromatographic Method

Места в текстовом документе, которые необходимо удалить, выделены **желтым цветом**. Текст, который необходимо добавить выделен **зеленым цветом**.

Полную статью об улучшениях можно прочитать, пройдя по ссылке: <https://elab.inpnet.net/article/355>

26.1.36

AOAC Official Method 972.11 Methanol in Distilled Liquors Gas Chromatographic Method First Action 1972 Final Action 1973

A. Apparatus

See 968.09A (see 26.1.30).

B. Reagents

(a) Alcohol. —Methanol-free.

(b) *Methanol stock solution*. —Dilute 10 mL methanol, 99.9 mol % (Fisher Scientific Co., A-936, or equivalent) to 100 mL with 40% alcohol.

~~(c) *n-Butyl alcohol internal standard stock solution*. —Dilute 10 mL n-butanol, 99.9 mol % (Fisher Scientific Co., A-384, or equivalent) to 100 mL with 40% alcohol. The ethanol contained in the analyzed alcoholic product is used as an internal standard~~

(d) *Methanol standard solution*. —0.050% methanol plus 0.030% ii-butanol internal standard. Fill 100 mL volumetric flask to ca 99 mL with 40% alcohol and add, by syringe, 500 μ L mixture stock solution, (b), and 300 μ L n-butanol stock solution, (c). Mix and dilute to volume with 40% alcohol. Mix again.

G. Determination

Inject 10 μ L mixture of standard solution. Adjust operating parameters and attenuation to obtain measurable peak height (ca $\frac{1}{4}$, full scale deflection). Determine retention time of methanol and ~~n-butanol ethanol~~ (ca 3 and 7 min, respectively). Inject 10 μ L test portion to estimate methanol, using attenuation if necessary, and to check for absence of n-butanol. ~~On basis of presence or absence of n-butanol in test portion, determine methanol content from~~

~~standard curve prepared according to (a) or (b): The ethanol contained in the analyzed alcoholic product is used as an internal standard.~~

~~(a) *n-Butyl alcohol absent*. —On basis of estimate of methanol, prepare series of standards (4 or 5) in which range of concentration includes methanol concentration in test portion. Add internal standard to both test portion and standard solutions at concentration similar to that of methanol in test portion. Calculate peak height ratios of methanol:n-butanol, using average of duplicate injections, and plot ratios against methanol concentration. Put ethanol solution into 2 mL chromatographic vial for analysis.~~

~~(b) *n-Butyl alcohol present*. —Prepare series of methanol standards as in (a), but do not add n-butanol to test portion or to standards. Plot actual peak height of methanol against concentration.~~

Reference: *JAOAC* 55, 564(1972).

CAS-67-56-1 (methanol)

26.1.36'

AOAC Official Method 972.11¶ Methanol in Distilled Liquors¶ Gas Chromatographic Method First Action 2023¶ Final Action 2025¶

A. Apparatus¶

See 968.09A (see 26.1.30).¶

B. Reagents¶

(a) Alcohol. —Methanol-free.¶

(b) *Methanol stock solution*. —Dilute 10 mL methanol, 99.9 mol % (Fisher Scientific Co., A-936, or equivalent) to 100 mL with 40% alcohol.¶

(c) The ethanol contained in the analyzed alcoholic product is used as an internal standard.¶

(d) *Methanol standard solution*. —0.050% methanol plus 0.030% ii-butanol internal standard. Fill 100 mL volumetric flask to ca 99 mL with 40% alcohol and add, by syringe, 500 μ L mixture stock solution, (b), and 300 μ L n-butanol stock solution, (c). Mix and dilute to volume with 40% alcohol. Mix again.¶

G. Determination¶

Inject 10 μ L mixture of standard solution. Adjust operating parameters and attenuation to obtain measurable peak height (ca % full scale deflection). Determine retention time of methanol and ethanol (ca 3 and 7 min, respectively). Inject 10 μ L test portion to estimate methanol, using attenuation if necessary, and to check for absence of n-butanol. **The ethanol contained in the analyzed alcoholic product is used as an internal standard.¶**

Put ethanol solution into 2 mL chromatographic vial for analysis.¶

Reference: *JAOC* 66, 555(2021)¶

CAS-67-56-1 (methanol).¶



1 400 млн



1 400 млн



450 млн



333 млн



Республика Беларусь не должна отказаться от того, чтобы контроль качества и безопасности миллионов литров алкогольной продукции, ежедневно производимой по всему миру, выполнялся по белорусскому методу.