

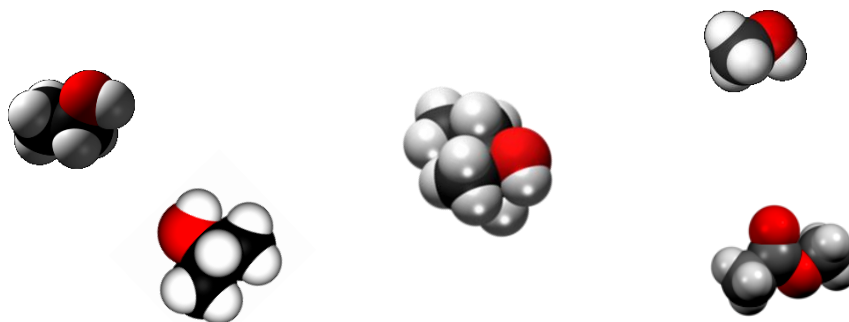


ООО “Новые аналитические системы”
New Analytical Systems, Ltd.

г. Минск, Беларусь
unichrom@unichrom.com
www.unichrom.com

Руководство:

“Создание метода градуировки и анализ образцов алкогольной
продукции при работе по модифицированному методу
внутреннего стандарта
в Agilent ChemStation B.04.03”



Минск, 2025 г.

Оглавление

Аннотация	3
Список сокращений и обозначений	4
1. Построение градуировки по модифицированному методу внутреннего стандарта (ММВС).....	6
1.1. Создание градуировки по ММВС	6
1.2. Результаты построения градуировочных зависимостей	8
2. Контроль линейности по ММВС	10
2.1. Создание метода для контроля линейности по ММВС	10
2.2. Результаты контроля линейности отклика детектора по ММВС.....	10
3. Анализ образцов алкогольной продукции	12
3.1. Применение «Этанол внутр_станд _РВ1» для анализа образцов алкогольной продукции.....	12

Аннотация

В лабораториях по контролю безопасности и качества алкогольной продукции наиболее часто выполняют испытания по ГОСТ 30536-2013 «Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей». Этот способ включает выполнение калибровки прибора по методу внешнего стандарта – абсолютной градуировки. В соответствии с ГОСТ 30536-2013 установление градуировочной (градуировочной) характеристики прибора заключается в определении коэффициентов отклика детектора RF_i (Response Factor – RF) на каждый исследуемый i -й летучий компонент в зависимости от величины его концентрации в испытуемом образце. Для этого регистрируют хроматограммы градуировочных стандартных образцов (СО) РВ-1, РВ-2, РВ-3 из набора ГСО 8405, предназначенного для анализа водок, или градуировочных СО РС-1, РС-2, РС-3 из набора ГСО 8404, предназначенного для анализа спирта этилового из пищевого сырья.

В модифицированном методе внутреннего стандарта (ММВС) установление градуировочной (градуировочной) характеристики прибора заключается в расчете относительных коэффициентов отклика детектора $RRF_i^{\text{этанол}}$ (Relative Response Factor – RRF) на каждый исследуемый i -й летучий компонент относительно отклика на внутренний стандарт (этанол) в зависимости от отношения концентраций компонента и этанола. При этом предполагается использование только одного СО, им может быть РВ-1 из набора ГСО-8405 или РС-1 из набора ГСО-8404. Важно, что при разметке пиков на хроматограммах в методе ММВС наряду с пиками анализируемых летучих компонентов необходимо провести разметку пиков этанола.

Определение количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции при испытании по ГОСТ 30536-2013 и/или ММВС включает следующие этапы.

Этап 1. Регистрация хроматограмм набора градуировочных СО РВ-1, РВ-2, РВ-3 при анализе водки или набора градуировочных СО РС-1, РС-2, РС-3 при анализе спирта. Для каждого СО выполняют по 2-3 повторных измерения. Полный набор для установления градуировочной характеристики прибора, как правило, содержит 6-9 измеренных хроматограмм всего набора градуировочных растворов.

Этап 2. Расчет градуировочных коэффициентов RF_i и RRF_i . Анализ неопределенности, контроль линейности отклика детектора.

Этап 3. Регистрация хроматограмм образцов алкогольной продукции, по 2-3 повторных измерения.

Этап 4. Расчет средних значений и формирование отчетов в соответствии с ГОСТ 30536-2013 и ММВС.

Следует отметить, что для работы по методу ММВС не требуется дополнительных измерений, анализ можно выполнять на основе хроматограмм, полученных при измерениях, выполненных при работе по ГОСТ 30536-2013.

Список сокращений и обозначений

АА – безводный этиловый спирт (от англ. Anhydrous Alcohol или Absolute Alcohol);

ММВС – модифицированный метод внутреннего стандарта;

ПИД – пламенно-ионизационный детектор;

СО – стандартный образец (с известными аттестованными значениями концентрации компонентов);

СКО – стандартное отклонение в единицах измерения концентрации;

ОСКО – относительное стандартное отклонение, в %;

ISTD – внутренний стандарт (от англ. *Internal STanDard*);

ESTD – внешний стандарт (от англ. *External STanDard*);

RF – фактор отклика (от англ. Response Factor);

RRF – относительный фактор отклика (от англ. Relative Response Factor);

$A_{i,j,k}$ – величина отклика детектора на i -й компонент в j -м растворе, полученная в результате k -го измерения;

$A_{i, \text{калибр}, k}$ – величина отклика детектора на i -й компонент в градуировочном СО при k -ом измерении;

$A_{\text{этанол}, \text{калибр}, k}$ – величина отклика детектора на этанол в градуировочном СО при k -ом измерении;

$\tilde{C}_{i,j}^{\text{аттест}}$ – аттестованное значение концентрации i -го компонента в j -м растворе, в мг/л (мг/дм³);

$\tilde{C}_{i,j,k}^{\text{изм}}$ – значение концентрации i -го компонента в СО с уровнем концентрации j , рассчитанное по данным k -го хроматографического измерения, в мг/л (мг/дм³);

$\langle \tilde{C} \rangle_{i,j}^{\text{изм}}$ – среднее значение концентрации i -го компонента в j -м растворе, полученное в результате M повторных хроматографических измерений, в мг/л (мг/дм³);

$C_{i, \text{калибр}}^{\text{аттест}}$ – аттестованное значение концентрации i -го компонента в градуировочном СО, в мг/л АА;

$C_{i,j}^{\text{аттест}}$ – аттестованное значение концентрации i -го компонента в СО с уровнем концентрации j , выраженное в мг/л АА;

$C_{i,j,k}^{\text{изм}}$ – значение концентрации i -го компонента в j -м растворе, рассчитанное по данным k -го хроматографического измерения, в мг/л АА;

$\langle C \rangle_{i,j}^{\text{изм}}$ – среднее значение концентрации i -го летучего компонента в j -м растворе, полученное в результате M повторных измерений, в мг/л АА;

C_p – значение линейного коэффициента корреляции Пирсона;

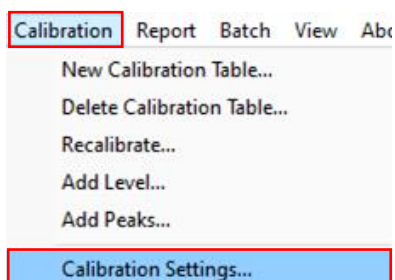
i – индекс, показывающий номер летучего компонента ($i = 1, \dots, 10$);

- j – индекс, показывающий номер концентрационного уровня СО (для контрольного образца и для образцов алкогольной продукции он не указывается);
- k – индекс, показывающий номер повторного измерения раствора;
- “калибр” – индекс, указывающий, что раствор используется в качестве градуировочного при работе по ММВС;
- M – число измерений СО с определенным уровнем концентрации (j или «калибр»);
- N – количество разных уровней концентрации;
- \tilde{R}_i^2 и R_i^2 – коэффициенты детерминации при линейной аппроксимации в методах ГОСТ и ММВС;
- $\tilde{RF}_{i,j,k}$ (в таблицах в ChemStation B.04.03 обозначается как «Rsp.Factor») – отношение аттестованного значения концентрации к площади пика («Amount/Area») для i -го летучего компонента в j -ом СО, полученное при k -ом измерении;
- \tilde{RF}_i – градуировочный коэффициент RF для компонента i , в размерности (мг/л)/ед. площади пика, рассчитываемый на основе результатов, полученных для всех измерений всех градуировочных образцов (характеристика линейной зависимости, если оси: X - Area, Y - Amount);
- $\tilde{RF}_i^{обр}$ – градуировочный коэффициент для компонента i , в размерности ед. площади пика/(мг/л) (характеристика линейной зависимости, если оси: X - Amount, Y - Area);
- $RRF_i^{этанол_обр}$ – градуировочный коэффициент для компонента i при использовании этанола качестве ISTD, безразмерная величина (X - Amount Ratio, Y - Area Ratio);
- $RRF_i^{этанол}$ – градуировочный коэффициент RRF для компонента i при использовании этанола в качестве ISTD, безразмерная величина (X - Area Ratio, Y - Amount Ratio);
- X (ось Amount или Amount Ratio) – ось значений концентраций ($\tilde{C}_{i,j}^{аттест}$ в мг/л, в методе ГОСТ) или отношения концентраций ($C_{i,j}^{аттест} / \rho_{этанол}$, в ММВС) в ChemStation B.04.03;
- Y (ось Area или Area Ratio) – ось значений площади пиков ($A_{i,j,k}$, ед. площади пика, в методе ГОСТ) или отношения площадей ($A_{i,j,k} / A_{этанол,j,k}$, в ММВС) в ChemStation B.04.03;
- $\delta_{i,j}, \%$ – величина смещения метода, рассчитанная для i -го компонента и концентрационного уровня j ;
- $\rho_{этанол}$ – значение концентрации этанола в растворе, выраженное в мг/л АА, равно значению плотности безводного этанола (789270 мг/л при температуре 20 °С);
- $\tilde{\sigma}_{i,j}$ – СКО, рассчитанное для i -го компонента и j -го концентрационного уровня (в мг/л);
- $\sigma_{i,j}$ – СКО, рассчитанное для i -го компонента и j -го концентрационного уровня (в мг/л АА);
- $\sigma_{i,j}, \%$ – ОСКО, рассчитанное для i -го компонента и j -го концентрационного уровня.

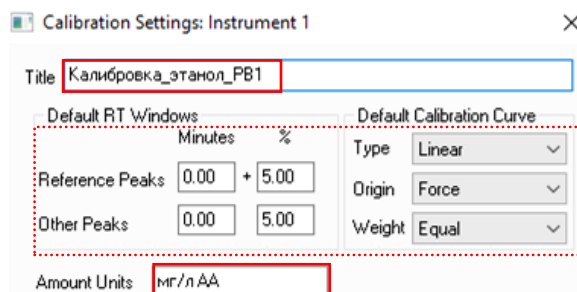
1. Построение градуировки по модифицированному методу внутреннего стандарта (ММВС)

1.1. Создание градуировки по ММВС

- 1.1.1. Есть хроматограммы градуировочных СО (например, РВ-1, РВ-2, РВ-3 из набора ГСО 8405) с размеченными и проинтегрированными пиками летучих соединений (ацетальдегида, метилацетата, этилацетата, метанола, 2-пропанола, этанола, 1-пропанола, изобутанола, 1-бутанола, изоамилола).
- 1.1.2. В главном меню программы ChemStation B.04.03 нажимают «Method» и далее «Load Method...».
- 1.1.3. В раскрывшемся списке выбирают метод («Метод РВ ГОСТ мг_л», созданный при работе по ГОСТ 30536) и сохраняют его под новым именем: «Этанол внутр_станд_РВ1» для работы по ММВС и использования этанола в качестве внутреннего стандарта.
- 1.1.4. Нажимают в главном меню «Calibration» и далее в списке «Calibration Setting...».



- 1.1.5. Заполняют строки ввода в диалоговом окне «Calibration Setting». Устанавливают «Type» (Lineal), «Origin» (Force), «Weight» (Equal) и другие параметры, как показано на снимке экрана. Заполняют ячейку «Amount Units» мг/л АА. Нажмают кнопку «ОК».



“Amount Units” **мг/л АА** в методе «Этанол внутр_станд РВ1»

- 1.1.6. Пересчитывают значения концентрации из размерности мг/дм³ или %об. в мг/л АА или %об. АА. Переписывают аттестованные (паспортные) значения их концентрации в ячейки столбца «Amt[мг/л АА]». Эти значения далее будут обозначаться как $C_{i, \text{калибр}}^{\text{аттест}}$ (мг/л АА) при работе по ММВС с использованием этанола как ISTD – значения концентрации летучего i -го компонента ($i = 1, \dots, 10$) в определенном градуировочном

растворе. Концентрация этанола в мг/л АА равна плотности этанола ($\rho_{\text{этанол}} = 789270$ мг/л).

1.1.7. В методе «Этанол внутр_станд РВ1» при работе по ММВС отмечают этанол как внутренний стандарт, устанавливая «Yes» в ячейке столбца «ISTD» строки этанола.

1.1.8. Далее, сохраняют 2 разные копии файла – одну для коэффициентов градуировки, вторую – для проверки линейности отклика детектора.

1.1.9. В файле (методе) для определения градуировочных коэффициентов необходимо удалить уровни, соответствующие растворам РВ-2 и РВ-3. В этом файле (методе) («Этанол внутр_станд РВ1») достаточно использовать один градуировочный раствор, его уровни, соответствующие повторным измерениям этого раствора (РВ-1-1, РВ-1-2, РВ-1-3), оставляют в градуировочной таблице.

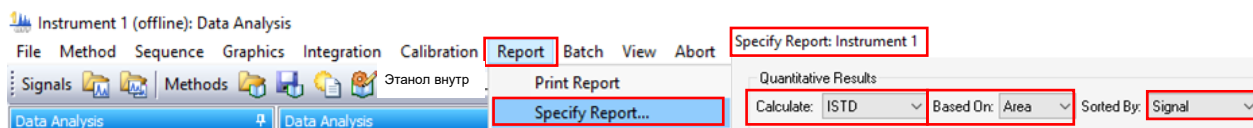
1.1.10. Градуировочная таблица:

#	RT	Compound	Lvl	Amt(мг/л АА)	ISTD	Area	Rsp.Factor
1	5.748	ацетальдегид	1	21.750	No	1132.300	1.92e-2
			2	21.750		1085.700	2.00e-2
			3	21.750		1172.900	1.85e-2
2	6.790	метиловый спирт	1	23.000	No	1222.600	1.88e-2
			2	23.000		1177.500	1.95e-2
			3	23.000		1255.600	1.83e-2
3	7.624	этиловый спирт	1	22.500	No	1817.300	1.24e-2
			2	22.500		1765.200	1.27e-2
			3	22.500		1843.000	1.22e-2
4	7.780	метанол	1	207.850	No	16717.000	1.24e-2
			2	207.850		15910.000	1.31e-2
			3	207.850		17390.000	1.20e-2
5	8.253	2-пропанол	1	21.250	No	2077.500	1.02e-2
			2	21.250		1971.600	1.08e-2
			3	21.250		2157.600	9.85e-3
6	8.549	этанол	1	789270.000	Yes	8.3545e7	9.45e-3
			2	789270.000		7.9677e7	9.91e-3
			3	789270.000		8.6496e7	9.12e-3
7	11.206	1-пропанол	1	20.000	No	2396.200	8.35e-3
			2	20.000		2261.800	8.84e-3
			3	20.000		2422.000	8.26e-3
8	12.523	изобутанол	1	20.000	No	2779.600	7.20e-3
			2	20.000		2636.700	7.59e-3
			3	20.000		2869.200	6.97e-3
9	13.767	1-бутанол	1	20.250	No	2660.800	7.61e-3
			2	20.250		2535.200	7.99e-3
			3	20.250		2760.200	7.34e-3
10	15.125	изопропанол	1	20.250	No	2672.300	7.58e-3
			2	20.250		2562.400	7.90e-3
			3	20.250		2742.500	7.32e-3

Градуировочная таблица в методе «Этанол внутр_станд РВ1» по одному раствору РВ1

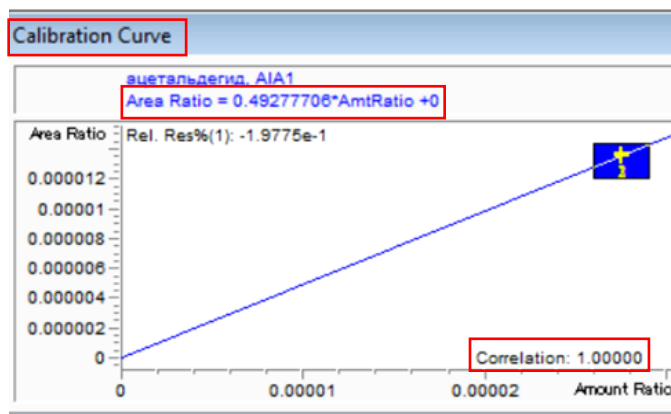
1.1.1. В файле (методе) для проверки линейности, напротив, удаляют уровни градуировочного раствора и оставляют уровни растворов РВ-2, РВ-3,

1.1.2. Необходимо указать используется ли для расчетов метод внутреннего стандарта (ESTD) либо метод внешнего стандарта (ISTD). Для этого в главном меню нажимают «Report» и затем «Specify Report...». Далее в «Quantitative Results» указывают «Calculate» – «ISTD» и «Based on» – «Area».



1.2. Результаты построения градуировочных зависимостей

1.2.1. В окне диаграммы “Calibration curve” в методе «Этанол внутр_станд РВ1» для каждого летучего компонента i ($i = 1, \dots, 10$) показывается градуировочная кривая $Y = RRF_i^{\text{этанол_обр}} \cdot X$, представляющая собой линейную зависимость значений параметра Y (отношение откликов ПИД, полученных для i -го летучего соединения и этанола как внутреннего стандарта, $A_{i,\text{калибр},k} / A_{\text{этанол,калибр},k}$) от параметра X (отношение количеств i -го летучего соединения и этанола, $C_{i,\text{калибр}}^{\text{аттест}} / \rho_{\text{этанол}}$). Это одноуровневая градуировка ($j = \text{калибр}$). Коэффициенты $RRF_i^{\text{этанол_обр}}$ вычисляются на основе трёх повторных хроматограмм, полученных для одного градуировочного СО.



Градуировочная зависимость в методе «Этанол внутр_станд РВ1» (1 градуировочный СО: РВ1)

1.2.2. Формулы, согласно которым рассчитываются значения градуировочных коэффициентов $RRF_i^{\text{этанол_обр}}$ следующие:

$$RRF_i^{\text{этанол_обр}} = \frac{\sum_{k=1}^M (A_{i,\text{калибр},k} / A_{\text{этанол,калибр},k})}{M \cdot (C_{i,\text{калибр}}^{\text{аттест}} / \rho_{\text{этанол}})} \quad (1),$$

где:

Y (ось Area или Area Ratio) – ось значений площади пиков ($A_{i,j,k}$, в ед.площади, при работе по ГОСТ)

или отношения площадей пиков ($A_{i,\text{калибр},k} / A_{\text{этанол,калибр},k}$, в ММВС) в ChemStation B.04.03;

$A_{i,\text{калибр},k}$ – величина отклика детектора на i -й компонент в градуировочном СО при k -ом измерении;

$A_{\text{этанол,калибр},k}$ – величина отклика детектора на этанол в градуировочном СО при k -ом измерении;

$C_{i,\text{калибр}}^{\text{аттест}}$ – аттестованное значение концентрации i -го компонента в градуировочном СО, в мг/л АА;

$RRF_i^{\text{этанол_обр}}$ – градуировочный коэффициент для компонента i при использовании этанола качестве ISTD, безразмерная величина, (оси: X - Amount Ratio, Y - Area Ratio);

M – число измерений СО с уровнем концентрации j ;

C_r (correlation) – значение линейного коэффициента корреляции Пирсона;

$\rho_{\text{этанол}}$ – значение концентрации этанола в СО, выраженное в мг/л АА, равно табличному значению плотности безводного этанола (789270 мг/л при температуре 20 °С);

i	Компонент	$\tilde{RF}_i^{\text{обр}}$, ед.площади/(мг/л)	$1/\tilde{RF}_i^{\text{обр}}$, (мг/л)/ед.площади	$RRF_i^{\text{этанол_обр}}$	$1/RRF_i^{\text{этанол_обр}}$
1	ацетальдегид	130.77	0.00765	0.4928	2.029
2	метилацетат	131.34	0.00761	0.5025	1.990
3	этилацетат	197.81	0.00506	0.7625	1.311
4	метанол	197.77	0.00506	0.7605	1.315
5	2-пропанол	240.57	0.00416	0.9231	1.083
6	этанол	252.06	0.00397	1.0000	1.000
7	1-пропанол	292.14	0.00342	1.1191	0.894
8	изобутанол	391.93	0.00292	1.3093	0.764
9	1-бутанол	324.84	0.00308	1.2418	0.805
10	изоамилол	328.71	0.00304	1.2510	0.799

$C_p(\text{correlation}) > 0.9988$

$C_p(\text{correlation}) > 0.9998$

1.2.3. При противоположном выборе осей координат для построения линейных зависимостей формулы, согласно которым рассчитываются значения коэффициентов пропорциональности $RRF_i^{\text{этанол}}$, следующие:

$$RRF_i^{\text{этанол}} = \frac{C_{\text{аттест}} \cdot \sum_{k=1}^M (A_{i,\text{калибр},k} / A_{\text{этанол},\text{калибр},k})}{\rho_{\text{этанол}} \cdot \sum_{k=1}^M (A_{i,\text{калибр},k} / A_{\text{этанол},\text{калибр},k})^2} \approx \frac{1}{M} \cdot \sum_{k=1}^M \left(\frac{RF_{i,\text{калибр},k}}{RF_{\text{этанол},\text{калибр},k}} \right) \approx 1 / RRF_i^{\text{этанол_обр}} \quad (2),$$

где: $RRF_i^{\text{этанол}}$ – RRF для компонента i (этанол – ISTD, оси: X - Area Ratio, Y - Amount Ratio).

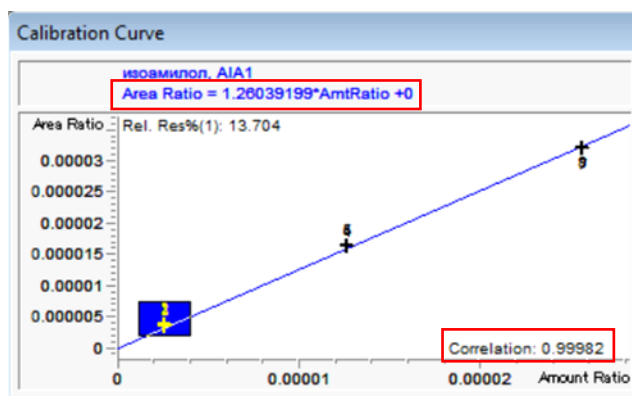
2. Контроль линейности по ММВС

2.1. Создание метода для контроля линейности по ММВС

- 2.1.1. Контроль линейности отклика ПИД можно выполнять с применением N растворов с аттестованными значениями концентрации (уровни концентрации j , $j=1, \dots, N$), не использованных при определении градуировочных коэффициентов RRF. Например, если градуировка выполнялась на основе измерений РВ-1, то можно использовать СО РВ-2 и РВ-3, а также РВ-1 из другого набора, или же РВ-2, РВ-3, РС-1, РС-2, РС-3.
- 2.1.2. В главном меню программы ChemStation B.04.03 нажимают «Method» и далее «Load Method...». В раскрывшемся списке выбирают метод «Этанол внутр_станд_РВ1» и сохраняют его под новым именем: например, «Этанол линейность РВ1_2_3» или «Этанол линейность РВ2_3_РС1_2_3».
- 2.1.3. В главном меню нажимают «File» и «Load Signal...» в списке для собственных данных ChemStation. Однако если файлы измеренных хроматограмм имеют формат *.cdf, то нажимают «Import File» и «AIA File...». Открывают файл первой хроматограммы j -го СО ($j=1$, «РВ-2-1»).
- 2.1.4. Размечают и интегрируют пики летучих соединений в хроматограмме (ацетальдегида, метилацетата, этилацетата, метанола, 2-пропанола, этанола, и др.).
- 2.1.5. Затем последовательно открывают другие хроматограммы растворов, используемых для контроля линейности отклика детектора, соответствующие концентрационным уровням j ($j=1, \dots, N$), и заполняют градуировочную таблицу по аналогии с тем, как описано в п.1.1. Всего в градуировочной таблице получится $N \times M$ уровней, где N – количество уровней концентрации СО, M – число измерений СО с уровнем концентрации j .

2.2. Результаты контроля линейности отклика детектора по ММВС

- 2.2.1. В окне диаграммы “Calibration curve” в методе «Этанол линейность РВ1_2_3» для каждого летучего компонента i ($i=1, \dots, 10$) показывается градуировочная кривая $Y = RRF_i^{\text{этанол_обр}} \cdot X$, представляющая собой линейную зависимость значений параметра Y (отношение откликов детектора, полученных для i -го летучего соединения и для внутреннего стандарта этанола $A_{i,j,k} / A_{\text{этанол},j,k}$) от параметра X (отношение количеств i -го летучего соединения и этанола $C_{i,j}^{\text{аммес}} / \rho_{\text{этанол}}$).



Одна из линейных зависимостей в методе: «Этанол линейность РВ1_2_3»

2.2.2. Значения $RRF_i^{\text{этанол_обр}}$ вычисляются на основе общего числа $N \times M$ хроматограмм, полученных для N растворов СО, используемых для контроля линейности, для которых выполнено по M повторных измерения, согласно формуле:

$$RRF_i^{\text{этанол_обр}} = \frac{\sum_{j=1}^N \sum_{k=1}^M \left((C_{i,j}^{\text{аттест}} / \rho_{\text{этанол}}) \cdot (A_{i,j,k} / A_{\text{этанол},j,k}) \right)}{M \cdot \sum_{j=1}^N (C_{i,j}^{\text{аттест}} / \rho_{\text{этанол}})^2} \quad (3),$$

где:

X (Amount Ratio) – ось отношения концентраций ($C_{i,j}^{\text{аттест}} / \rho_{\text{этанол}}$) в ChemStation B.04.03;

Y (Area Ratio) – ось отношения площадей пиков ($A_{i,j,k} / A_{\text{этанол},j,k}$) в ChemStation B.04.03;

$A_{i,j,k}$ – величина отклика детектора на i -й компонент в j -м растворе, полученная в результате k -го измерения;

$A_{\text{этанол},j,k}$ – величина отклика детектора на этанол в j -м растворе при k -ом измерении;

$C_{i,j}^{\text{аттест}}$ – аттестованное значение концентрации i -го компонента в СО с уровнем концентрации j , выраженное в мг/л АА;

M – число повторных измерений СО с уровнем концентрации j ;

N – количество уровней концентрации СО;

$\rho_{\text{этанол}}$ – значение концентрации этанола в СО, выраженное в мг/л АА, равно табличному значению плотности безводного этанола (789270 мг/л при температуре 20 °С).

i	Компонент	$RRF_i^{\text{этанол_обр}}$	$1 / RRF_i^{\text{этанол_обр}}$
1	ацетальдегид	0.5019	1.992
2	метилацетат	0.5032	1.987
3	этилацетат	0.7554	1.324
4	метанол	0.7575	1.320
5	2-пропанол	0.9227	1.084
6	1-пропанол	1.1176	0.895
7	изобутанол	1.3084	0.764
8	1-бутанол	1.2433	0.804
9	изоамилол	1.2604	0.793

2.2.3. Оценку качества линейной аппроксимации в программе ChemStation B.04.03 проводят на основе анализа коэффициентов линейной корреляции C_p (correlation), которые также отражаются в окне «Calibration curve» снизу.

3. Анализ образцов алкогольной продукции

3.1. Применение «Этанол внутр_станд_PB1» для анализа образцов алкогольной продукции

- 3.1.1. Есть хроматограммы образцов алкогольной продукции с размеченными и проинтегрированными пиками летучих соединений (ацетальдегида, метилацетата, этилацетата, метанола, 2-пропанола, этанола, 1-пропанола, изобутанола, 1-бутанола, изоамилола).
- 3.1.2. В главном меню программы ChemStation B.04.03 нажимают «Method» и далее «Load Method...». В раскрывшемся списке выбирают «Метод РВ ГОСТ мг_л» в случае работы по ГОСТ 30536 или «Этанол внутр_станд_PB1» в случае работы по ММВС и использования этанола в качестве внутреннего стандарта.
- 3.1.3. В главном меню нажимают «File» и «Load Signal...» в списке для собственных данных ChemStation. Однако если файлы измеренных хроматограмм имеют формат *.cdf, то нажимают «Import File» и «AIA File...». Открывают файл первой хроматограммы образца алкогольной продукции.
- 3.1.4. Расчет значений концентрации летучих соединений в анализируемом образце производится при создании отчета. Нажимают «Report» и «Print Report» и сохраняют созданный файл отчёта по данному измерению образца алкогольной продукции.
- 3.1.5. Затем повторяют указанные действия для других повторных измерений образца алкогольной продукции в обоих методах «Метод РВ ГОСТ мг_л» и «Этанол внутр_станд_PB1».
- 3.1.6. Таблица отчёта содержит результаты со значениями измеренной концентрации для каждого компонента в образце алкогольной продукции «Amount»: $\tilde{C}_{i,k}^{изм}$ в мг/л при работе по ГОСТ 30536 («Метод РВ ГОСТ мг_л») или $C_{i,k}^{изм}$ в мг/л АА при работе по ММВС («Этанол внутр_станд_PB1»), а также значения градуировочных параметров $R\tilde{F}_i$ («Amt/Area») и $RRF_i^{этанол}$ («Amt/Area ratio»), использованных в этих методах.
- 3.1.7. На основе хроматограмм, измеренных в условиях повторяемости, рассчитывают средние значения измеренной концентрации в контрольном образце $\langle \tilde{C} \rangle_i^{изм}$ в мг/л при работе по ГОСТ 30536 («Метод РВ ГОСТ мг_л») или $\langle C \rangle_i^{изм}$ в мг/л АА при работе по ММВС («Этанол внутр_станд_PB1»). Формулы, согласно которым вычисляются значения концентрации в образце алкогольной продукции по результатам измерения хроматограмм, следующие:

$$\tilde{C}_{i,k}^{изм} = R\tilde{F}_i \cdot A_{i,k} \quad (4);$$

$$\langle \tilde{C} \rangle_i^{изм} = \left(\sum_{k=1}^M \tilde{C}_{i,k}^{изм} \right) / M \quad (5);$$

$$C_{i,k}^{изм} = RRF_i^{этанол} \cdot \rho_{этанол} \cdot (A_{i,k} / A_{этанол,k}) \quad (6);$$

$$\langle C \rangle_i^{изм} = \left(\sum_{k=1}^M C_{i,k}^{изм} \right) / M \quad (7);$$

где:

$A_{i,k}$ – величина отклика детектора на i -й компонент, полученная в результате k -го измерения образца алкогольной продукции;

$A_{этанол,k}$ – величина отклика детектора на этанол при k -ом измерении образца алкогольной продукции;

M – число измерений образца алкогольной продукции;

$\rho_{этанол}$ – значение концентрации этанола в СО, выраженное в мг/л АА, равно табличному значению плотности безводного этанола (789270 мг/л при температуре 20 °С).

3.1.8. На основе данных, полученных в условиях повторяемости, для образца алкогольной продукции рассчитывают СКО ($\tilde{\sigma}_i$ в мг/л или σ_i в мг/л АА) и ОСКО в % (σ_i , %) для оценки неопределенности метода по стандартным формулам.