

**Государственная система обеспечения единства измерений.**

**Продукция спиртосодержащая.**

**Определение массовой концентрации альдегидов,  
сложных эфиров, метилового спирта и высших спиртов.**

**Методика выполнения измерений**

# 1. Показатели точности измерения

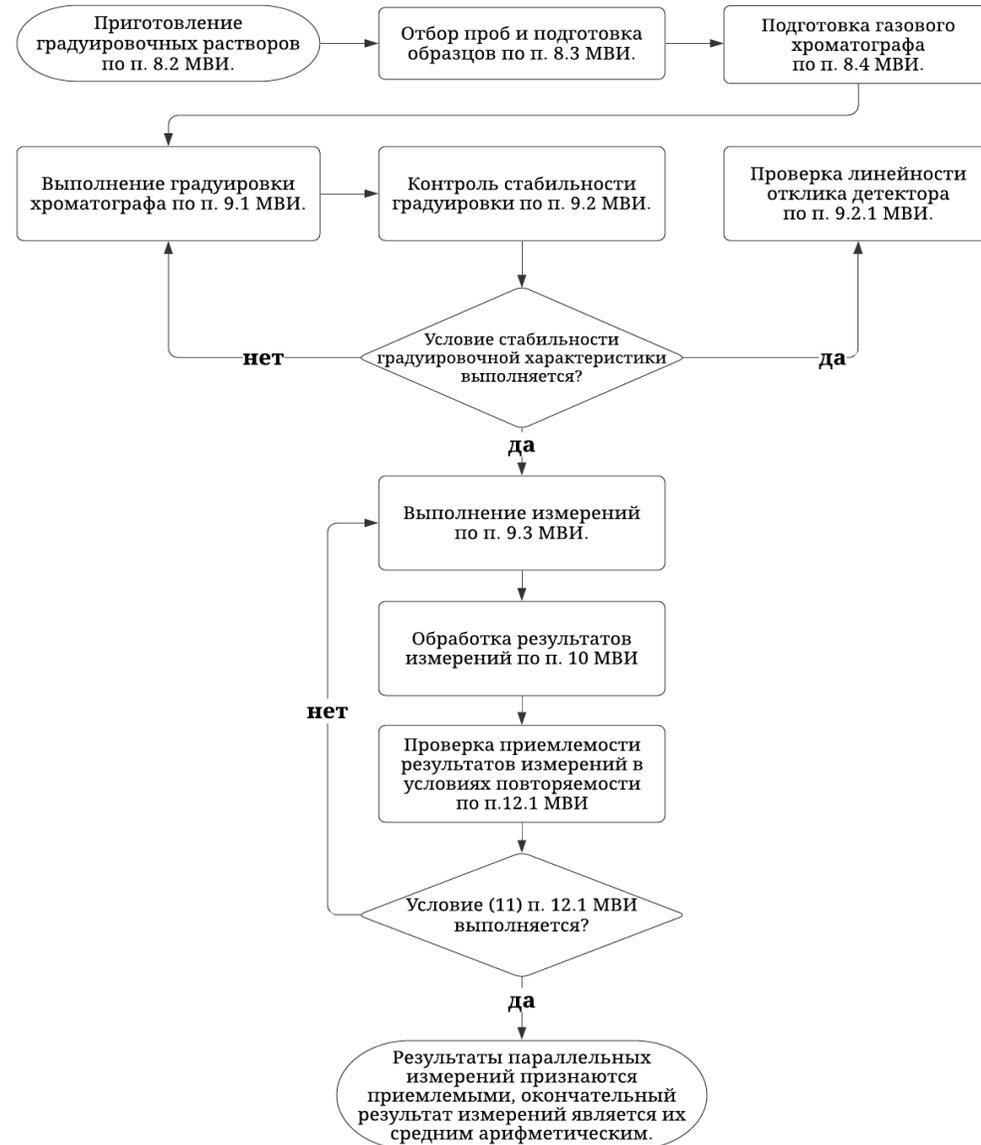
Настоящая МВИ обеспечивает определение массовых концентраций летучих компонентов в указанном ниже диапазоне с показателями точности, приведенными в **таблице 1**.

Показатели точности были установлены в результате проведения внутрилабораторного эксперимента. Показатели прецизионности: (повторяемости и промежуточной прецизионности) определялись, в соответствии с п.7 [СТБ ИСО 5725-2-2002](#) и п.7 [СТБ ИСО 5725-3-2002](#). Определение смещения осуществлялось согласно п.5 [СТБ ИСО 5725-4-2002](#). Смещение метода является незначимым при уровне значимости  $\alpha = 0,05$ .

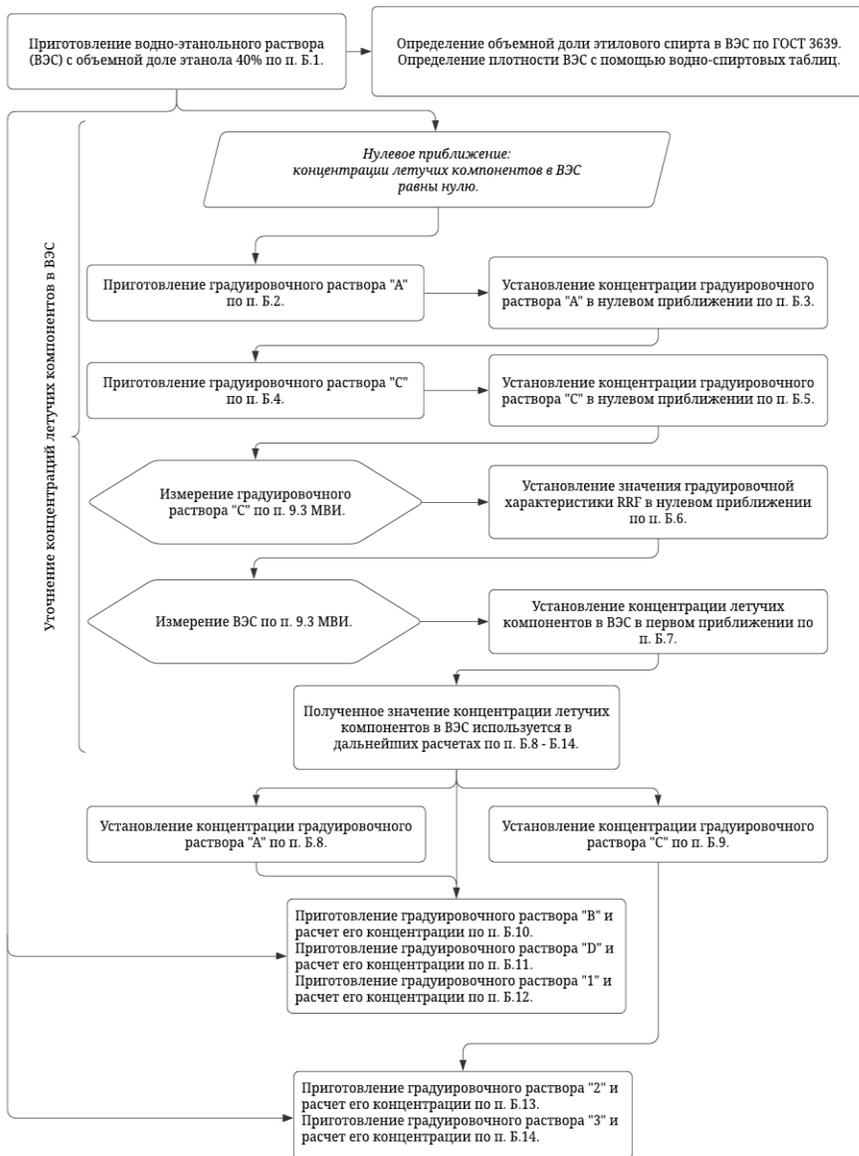
**Таблица 1** – Диапазон измерений массовой концентрации летучих компонентов, значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, относительной расширенной неопределенности измерений при доверительной вероятности  $P = 0,95$

Летучий компонент	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/л безводного спирта	Относительное среднее квадратичное стандартное отклонение повторяемости, $s_r$ , %	Относительное среднее квадратическое отклонение промежуточной прецизионности, $s_{I(TO)}$ , %	Относительная расширенная неопределенность, $U$ % при $P=0,95$ $k=2$
метанол	от 5,00 до 20,0 включ.	1,9	1,9	10
	св. 20,0 до 5000	1,5	1,6	7,0
остальные	от 1,20 до 10,0 включ.	5,1	5,1	14
	св. 10,0 до 5000	2,3	2,3	8,0

## 2. Порядок выполнения измерений



# 3. Приготовление градуировочных растворов



## Протокол приготовления градуировочных растворов № 12

для выполнения измерений по МВИ  
Государственная система обеспечения единства измерений. Продукция спиртосодержащая. Определение массовой концентрации альдегидов, сложных эфиров, метилового спирта и высших спиртов. Методика выполнения измерений

Дата приготовления 10 сентября 2020

### 1. Приготовление водно-этанольной смеси по п. Б.1 МВИ.

Результат определения объемной доли этанола в ВЭС по ГОСТ 3639-79, %	40.0
Результат определения плотности ВЭС с помощью водно-спиртовых таблиц, мг/л	948060

### 2. Приготовление градуировочного раствора "А" по п. Б.2 МВИ.

$m_A^{ВЭС}$ , мг	88506.3
------------------	---------

Компонент	$C^1$ , %	$m_A^1$ , мг	Компонент	$C^1$ , %	$m_A^1$ , мг
ацетальдегид	99.7	189.0	1-пропанол	99.8	188.0
метилацетат	99.7	191.1	изобутанол	99.8	189.7
этилацетат	99.7	192.2	1-бутанол	99.9	189.3
метанол	99.9	187.4	изоамилол	99.7	189.9
2-пропанол	99.8	187.1			

### 3. Приготовление градуировочных растворов "В", "С", "D", "1", "2", "3" по п. Б.2-14 МВИ.

Приготовление градуировочного раствора "В" по п. Б.10 МВИ	$m_B^{ВЭС}$ , мг	$m_B^A$ , мг	Приготовление градуировочного раствора "1" по п. Б.12 МВИ	$m_1^{ВЭС}$ , мг	$m_1^A$ , мг
	81007.0	9207.8		80860.3	409.3
Приготовление градуировочного раствора "С" по п. Б.4 МВИ	$m_C^{ВЭС}$ , мг	$m_C^A$ , мг	Приготовление градуировочного раствора "2" по п. Б.13 МВИ	$m_2^{ВЭС}$ , мг	$m_2^C$ , мг
	90336.0	4891.9		78884.1	3295.1
Приготовление градуировочного раствора "D" по п. Б.11 МВИ	$m_D^{ВЭС}$ , мг	$m_D^A$ , мг	Приготовление градуировочного раствора "3" по п. Б.14 МВИ	$m_3^{ВЭС}$ , мг	$m_3^C$ , мг
	81301.5	3487.1		89625.0	435.9

### 4. Результаты измерений градуировочного раствора "С" по п. 9.3 МВИ (п. Б.6 МВИ)

Компонент	$A_1(C)$ , отн. ед.	$A_2(C)$ , отн. ед.	$ОСКО_A$ , %
ацетальдегид	4.6239	4.7452	1.8
метилацетат	4.2101	4.2783	1.1
этилацетат	6.0164	6.1330	1.4
метанол	5.3565	5.4924	1.8
2-пропанол	7.1007	7.1985	1.0
этанол	18941.2692	19356.6509	1.5
1-пропанол	8.8245	9.0077	1.5
изобутанол	10.3088	10.5542	1.7
1-бутанол	9.8419	10.0614	1.6
изоамилол	11.2428	11.5174	1.7

### 5. Результаты измерений ВЭС по п. 9.3 МВИ (п. Б.7 МВИ)

Компонент	$A_1(ВЭС)$ , отн. ед.	$A_2(ВЭС)$ , отн. ед.	$ОСКО_A$ , %
ацетальдегид	0.0320	0.0333	2.8
метилацетат	0.0000	0.0000	-
этилацетат	0.0000	0.0000	-
метанол	0.1218	0.1229	0.6
2-пропанол	0.0353	0.0360	1.4
этанол	17897.8878	18792.7822	3.4
1-пропанол	0.0000	0.0000	-
изобутанол	0.0000	0.0000	-
1-бутанол	0.0000	0.0000	-
изоамилол	0.0000	0.0000	-

## Приложение к протоколу приготовления градуировочных растворов № 12

для выполнения измерений по МВИ  
Государственная система обеспечения единства измерений. Продукция спиртосодержащая. Определение массовой концентрации альдегидов, сложных эфиров, метилового спирта и высших спиртов. Методика выполнения измерений

Дата приготовления 10 сентября 2020

### 1. Результаты приготовления градуировочных растворов

Компонент	Концентрация (мг/л безводного спирта) в градуировочном растворе						
	"3"	"2"	"1"	"D"	"С"	"B"	"A"
ацетальдегид	3.09	12.1	26.9	206	257	510	5048
метилацетат	1.25	10.4	25.3	207	258	514	5102
этилацетат	1.26	10.4	25.5	208	260	517	5132
метанол	7.20	16.1	30.8	209	260	511	5019
2-пропанол	2.54	11.5	26.1	204	255	505	5002
этанол	789300	789300	789300	789300	789300	789300	789300
1-пропанол	1.23	10.2	24.9	204	254	506	5024
изобутанол	1.24	10.3	25.2	206	257	510	5070
1-бутанол	1.24	10.3	25.1	205	256	510	5064
изоамилол	1.24	10.3	25.2	206	257	511	5070

Приготовление выполнил(а) Иванова М.И.

Приготовление выполнил(а) Иванова М.И.

## 4. Подготовка газового хроматографа

Вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Измерения выполняют при следующих рекомендуемых режимах:

Продолжительность анализа, мин	20;
Температура испарителя (инжектора), °C	160;
Температура детектора, °C	220;
Температура термостата колонок, первая изотерма, °C	75;
Длительность первой изотермы, мин	7;
Скорость программирования температуры, °C/мин	10;
Температура термостата колонок, вторая изотерма, °C	180;
Длительность второй изотермы, мин	2,5;
Давление газа-носителя на входе в колонку, кПа	26;
Коэффициент деления потока	1:7;
Расход воздуха, мл/мин	200;
Расход водорода, мл/мин	20;
Расход поддерживающего газа (make-up), мл/мин	20;
Объем пробы, мкл	1,0.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих полное разделение и последовательность выхода веществ, аналогичное приведенному на рисунке 1.

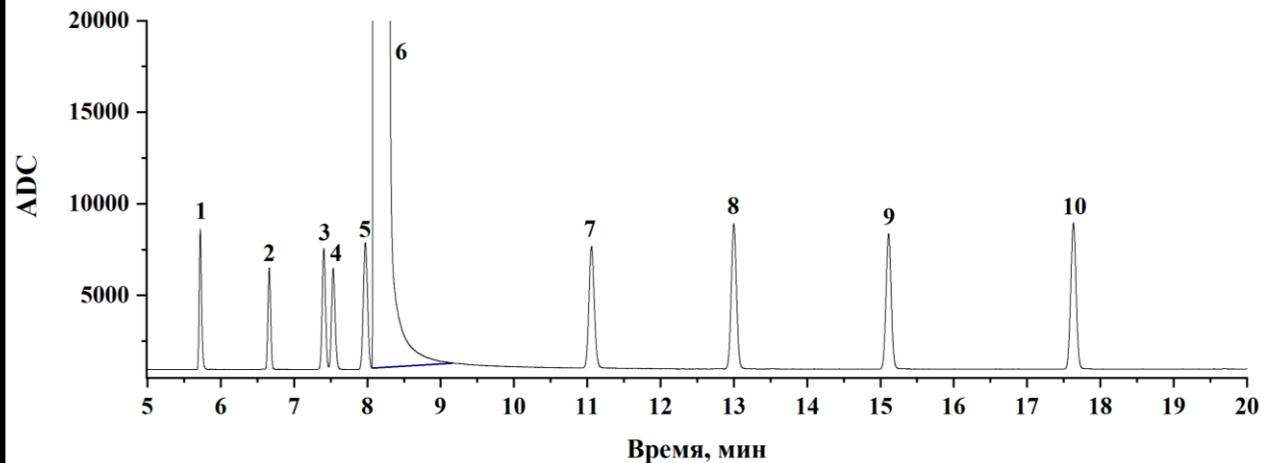


Рисунок 1 – Типовая хроматограмма

1 – ацетальдегид; 2 – метилацетат; 3 – этилацетат; 4 – метанол; 5 – 2-пропанол; 6 – этанол; 7 – 1-пропанол; 8 – изобутанол; 9 – 1-бутанол; 10 – изоамиловый спирт.

## 4.1 Выполнение градуировки хроматографа

Градуировку хроматографа проводят один раз в три недели, а также при смене колонки, при получении отрицательных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики и после ремонта хроматографа.

Градуировочные характеристики, выражающие зависимость отношения площадей пиков  $i$ -го вещества и этанола от отношений концентраций (мг/л безводного спирта)  $i$ -го вещества и этанола устанавливают по градуировочному раствору «С». Градуировочный раствор «С» измеряют газохроматографически не менее двух раз.

Расчет калибровочных коэффициентов выполняют по следующей формуле

$$RRF_i^{Eth} = \frac{C_*^i(C)}{\rho_{Eth}} \cdot \frac{\sum_{j=1}^M (A_j^i(C) / A_j^{Eth}(C))}{\sum_{j=1}^M (A_j^i(C) / A_j^{Eth}(C))^2} \rightarrow RRF_i^{Eth} (M = 2) = \frac{C_*^i(C)}{\rho_{Eth}} \cdot \frac{(A_1^i(C) / A_1^{Eth}(C)) + (A_2^i(C) / A_2^{Eth}(C))}{(A_1^i(C) / A_1^{Eth}(C))^2 + (A_2^i(C) / A_2^{Eth}(C))^2}, \quad (1)$$

где  $RRF_i^{Eth}$  – относительный фактор отклика (градуировочная характеристика)  $i$ -го летучего компонента к этанолу;

$C_*^i(C)$  – концентрация  $i$ -го летучего компонента в градуировочном растворе «С», мг/л безводного спирта;

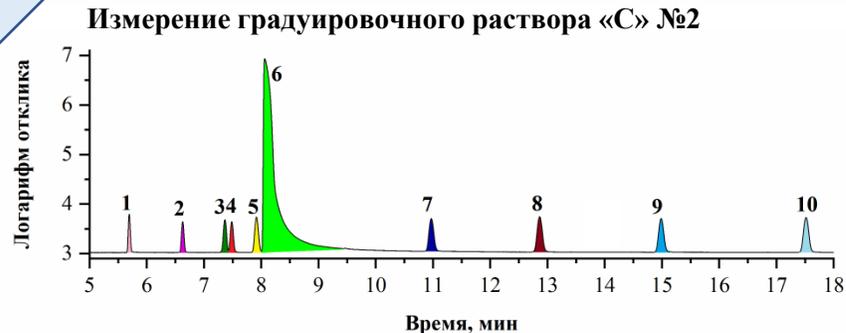
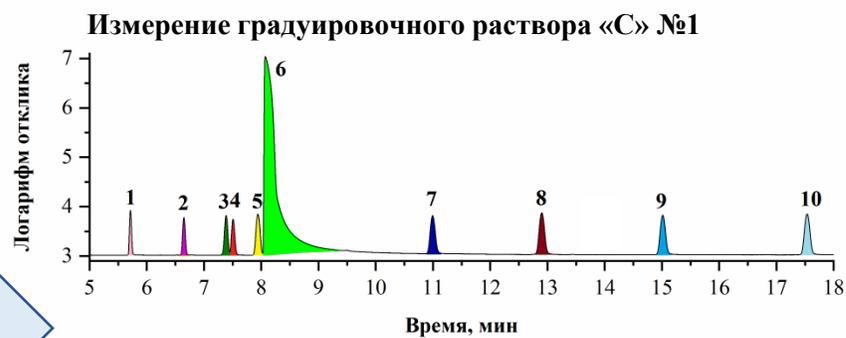
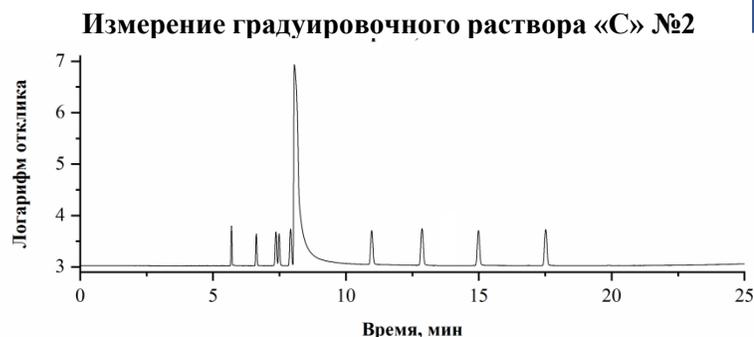
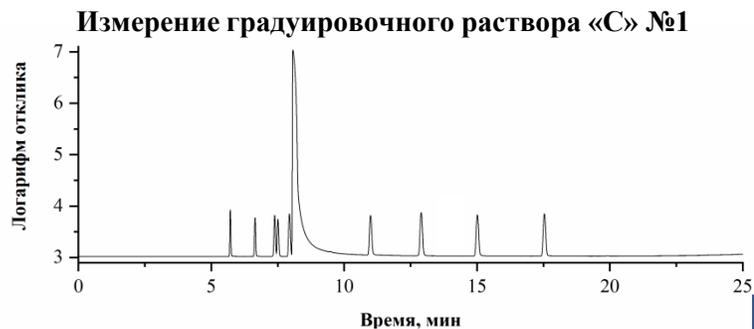
$\rho_{Eth}$  – плотность безводного этанола, мг/л;  $\rho_{Eth} = 789300$  мг/л;

$A_j^i(C)$  – величина отклика детектора на  $i$ -ый летучий компонент, полученная в результате  $j$ -го измерения градуировочного раствора «С», единицы площади пика;

$A_j^{Eth}(C)$  – величина отклика детектора на этанол, полученные в результате  $j$ -го измерения градуировочного раствора «С», единицы площади пика;

$M$  – количество измерений градуировочного раствора «С» ( $M \geq 2$ ).

# 4.1 Выполнение градуировки хроматографа



- 1 – ацетальдегид
- 2 – метилацетат
- 3 – этилацетат
- 4 – метанол
- 5 – 2-пропанол
- 6 – этанол
- 7 – 1-пропанол
- 8 – изобутанол
- 9 – 1-бутанол
- 10 – изоамиловый спирт

Компонент	Среднее время удерживания, мин	Паспортное значение концентрации градуировочного раствора «С», мг/л безводного спирта	Отклик, единицы площади пика		ОСКО* откликов, %	RRF	ОСКО* RRF, %
			Измерение 1	Измерение 2			
ацетальдегид	5,708	257	4,6239	4,7452	1,8	1,333	0,3
метилацетат	6,629	258	4,2101	4,2785	1,1	1,477	0,4
этилацетат	7,357	260	6,0164	6,1330	1,4	1,038	0,2
метанол	7,474	260	5,3565	5,4924	1,8	1,239	0,6
2-пропанол	7,911	255	7,1007	7,1985	1,0	0,864	0,6
этанол	8,030	789300	18941,2692	19356,6509	1,5	0,692	0,1
1-пропанол	10,940	254	8,8245	9,0077	1,5	0,597	0,1
изобутанол	12,860	257	10,3088	10,5542	1,7	0,625	0,0
1-бутанол	14,966	256	9,8419	10,0614	1,6	0,547	0,2
изоамилол	17,484	257	11,2428	11,5174	1,7	1,333	0,3

\* ОСКО – относительное стандартное отклонение

## 4.2 Оперативный контроль стабильности градуировки

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят перед началом определений. Образцом для контроля стабильности градуировочной характеристики является градуировочный раствор «D», который анализируют не менее двух раз в условиях повторяемости.

Концентрацию  $i$ -го летучего компонента в градуировочном растворе «D» рассчитывают по формуле

$$C_{*j}^i(D) = RRF_i^{Eth} \cdot \frac{A_j^i(D)}{A_j^{Eth}(D)} \cdot \rho_{Eth}, \quad (2)$$

где  $A_j^i(D)$  – величина отклика детектора на  $i$ -ый летучий компонент, полученная в результате  $j$ -го измерения градуировочного раствора «D», единицы площади пика;

$A_j^{Eth}(D)$  – величина отклика детектора на этанол, полученная в результате  $j$ -го измерения градуировочного раствора «D», единицы площади пика.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$\frac{|\bar{C}_{*}^i(D)_{изм} - \bar{C}_{*}^i(D)_{расч}|}{\bar{C}_{*}^i(D)_{расч}} \cdot 100\% \leq \frac{U^i(D)}{2}, \quad (3)$$

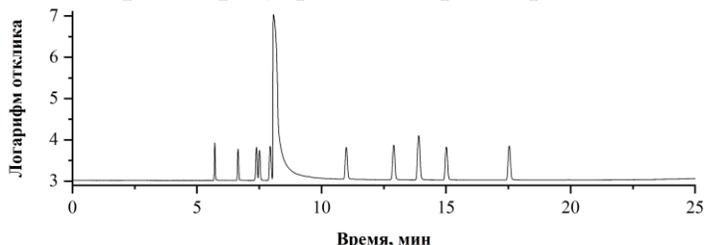
где  $\bar{C}_{*}^i(D)_{расч}$  – известное рассчитанное значение массовой концентрации  $i$ -го летучего компонента в градуировочном растворе «D», мг/л безводного спирта;

$\bar{C}_{*}^i(D)_{изм}$  – измеренное значение массовой концентрации  $i$ -го летучего компонента в градуировочном растворе «D», мг/л безводного спирта;

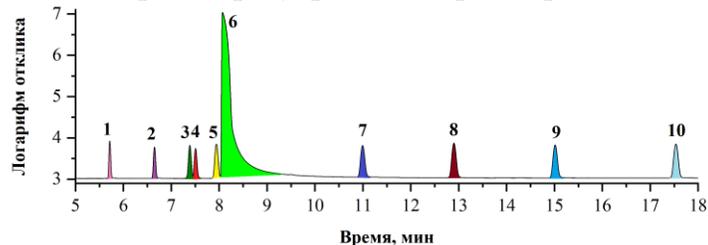
$U_i$  – относительная расширенная неопределенность ( $k=2$ ,  $P=0,95$ ) массовой концентрации  $i$ -го летучего компонента градуировочном растворе «D», (таблица 1), %.

# 4.2 Оперативный контроль стабильности градуировки

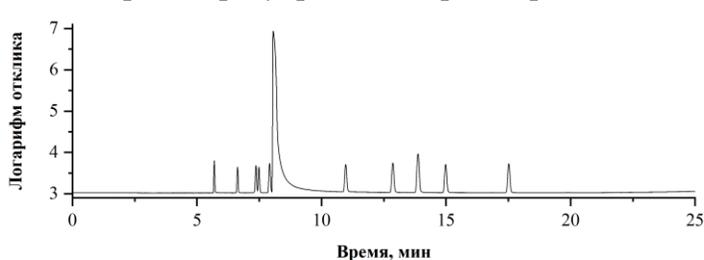
Измерение градуировочного раствора «D» №1



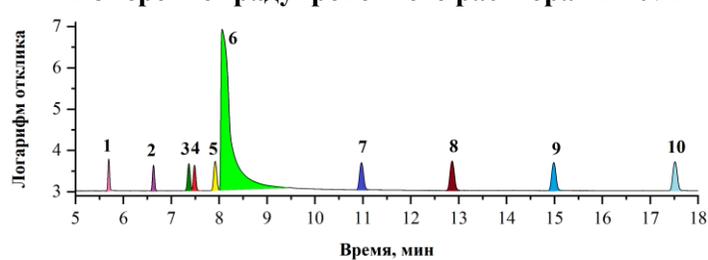
Измерение градуировочного раствора «D» №1



Измерение градуировочного раствора «D» №2



Измерение градуировочного раствора «D» №2



- 1 – ацетальдегид
- 2 – метилацетат
- 3 – этилацетат
- 4 – метанол
- 5 – 2-пропанол
- 6 – этанол
- 7 – 1-пропанол
- 8 – изобутанол
- 9 – 1-бутанол
- 10 – изоамиловый спирт

Компонент	Паспортное значение концентрации градуировочного раствора «D», мг/л безводного спирта	Отклик, относительные единицы			ОСКО, %	RRF	Концентрация, мг/л безводного спирта			ОСКО, %	Проверка выполнения условия (3):		
		Измерение 1	Измерение 2	Среднее значение			Измерение 1	Измерение 2	Среднее значение		$\left  \frac{\bar{C}_*^i(D)_{изм} - \bar{C}_*^i(D)_{расч}}{\bar{C}_*^i(D)_{расч}} \right  \cdot 100\% \leq \frac{U^i(D)}{2}$		Результат
											$\left  \frac{\bar{C}_*^i(D)_{изм} - \bar{C}_*^i(D)_{расч}}{\bar{C}_*^i(D)_{расч}} \right  \cdot 100\%$	U, %	
ацетальдегид	206	1,974	1,992	1,983	0,7	1,333	206	204	205	0,9	0,7	8.0	Условие 3 выполняется
метилацетат	207	1,780	1,814	1,797	1,3	1,477	206	205	206	0,3	0,5	8.0	
этилацетат	208	2,473	2,516	2,495	1,2	1,038	201	200	201	0,4	3,5	8.0	
метанол	209	2,172	2,213	2,193	1,3	1,239	211	210	211	0,3	0,7	7.0	
2-пропанол	204	2,989	3,049	3,019	1,4	0,864	203	202	202	0,2	0,9	8.0	
этанол	789300	10061,370	10292,697	10177,034	1,6	1,000	789300	789300	789300	0,0	0,0	8.0	
1-пропанол	204	3,775	3,862	3,818	1,6	0,692	205	205	205	0,0	0,7	8.0	
изобутанол	206	4,408	4,501	4,454	1,5	0,597	206	206	206	0,1	0,4	8.0	
1-бутанол	205	4,215	4,295	4,255	1,3	0,625	207	206	206	0,3	0,5	8.0	
изоамилол	206	4,803	4,873	4,838	1,0	0,547	206	205	205	0,6	0,1	8.0	

## 4.3 Проверка линейности отклика детектора

Проверку линейности отклика проводят путем измерения всех градуировочных растворов, «С». Каждый раствор анализируют в условиях повторяемости не менее двух раз и рассчитывают величины концентраций  $i$ -го компонента по формуле

$$C_{*j}^i(k) = RRF_i^{Eth} \cdot \frac{A_j^i(k)}{A_j^{Eth}(k)} \cdot \rho_{Eth}, \quad (4)$$

где  $A_j^i(k)$  – величина отклика детектора на  $i$ -ый летучий компонент, полученная в результате  $j$ -го измерения  $k$ -го градуировочного раствора, единицы площади пика;

$A_j^{Eth}(k)$  – величина отклика детектора на этанол, полученная в результате  $j$ -го измерения  $k$ -го градуировочного раствора, единицы площади пика.

Окончательным результатом измерений является среднее арифметическое определений концентрации  $i$ -го летучего компонента в выбранном  $k$ -ом градуировочном растворе  $\bar{C}_{*}^i(k)$ .

Далее определяют коэффициент аппроксимации каждого анализируемого компонента по формуле

$$R_i^2 = 1 - \frac{\sum_{k=1}^K \sum_{j=1}^M (C_{*j}^i(k) - \bar{C}_{*}^i(k)_{расч})^2}{\sum_{k=1}^K \sum_{k=1}^n (C_{*j}^i(k) - \bar{C}_{*}^i(k)_{изм})^2}, \quad (5)$$

где  $\bar{C}_{*}^i(k)_{расч}$  – известное рассчитанное значение массовой концентрации  $i$ -го летучего компонента в  $k$ -ом градуировочном растворе, мг/л безводного спирта;

$\bar{C}_{*}^i(k)_{изм}$  – измеренное значение массовой концентрации  $i$ -го летучего компонента в  $k$ -ом градуировочном растворе, мг/л безводного спирта.

В соответствии с п. 9.2.1 МВИ для коэффициента аппроксимации  $R_i^2$  для каждого  $i$ -го компонента должно выполняться условие

$$R_i^2 \leq 0,995 \quad (6)$$

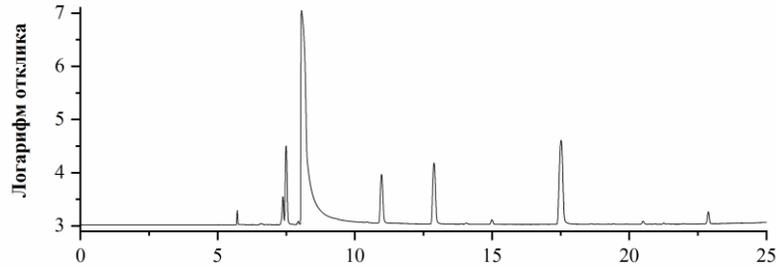


## 5. Отбор проб и подготовка образцов

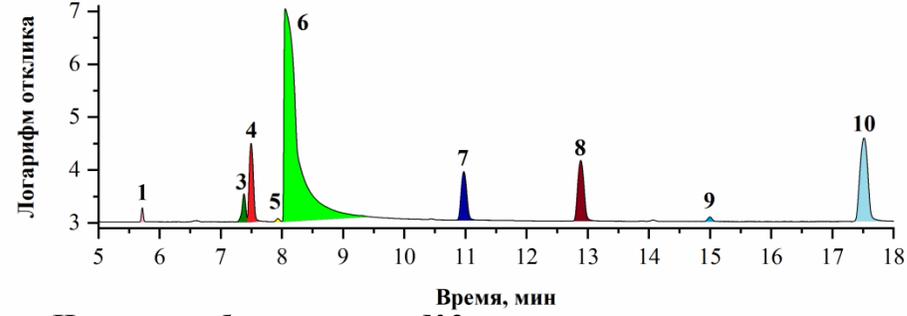
Вид алкогольной продукции	Категория	Предварительная перегонка
1. Этиловый спирт		не требуется
2. Спиртные напитки	Водки	не требуется
	Ликеро-водочная продукция (ликеры (крепкие, десертные, эмульсионные, яичные), кремы, наливки, пунши, настойки (сладкие, полусладкие, слабоградусные полусладкие, слабоградусные горькие настойки), десертные напитки, аперитивы, коктейли, бальзамы)	по п. 7.1 <a href="#">ГОСТ 32095-2013</a>
	Джин, ром, виски, текила, спиртные напитки из зернового сырья	не требуется
3. Винодельческая продукция	Вино	по п. 7.1 <a href="#">ГОСТ 32095-2013</a>
	Бренди	не требуется
	Винные напитки	по п. 7.1 <a href="#">ГОСТ 32095-2013</a>
4. Дистилляты		не требуется
5. Спиртосодержащая пищевая продукция		по п. 7.1 <a href="#">ГОСТ 32095-2013</a>

# 6.1 Выполнение измерений

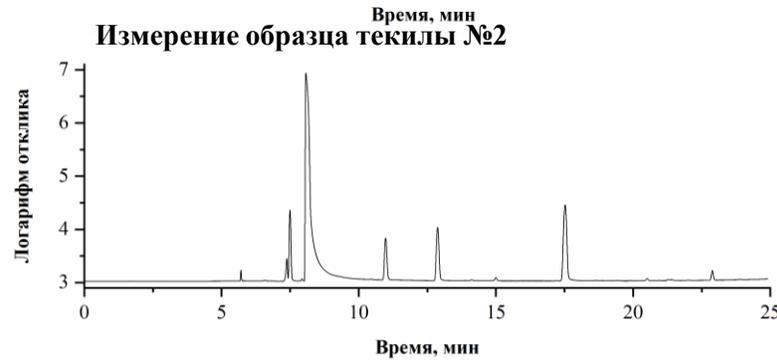
Измерение образца текилы №1



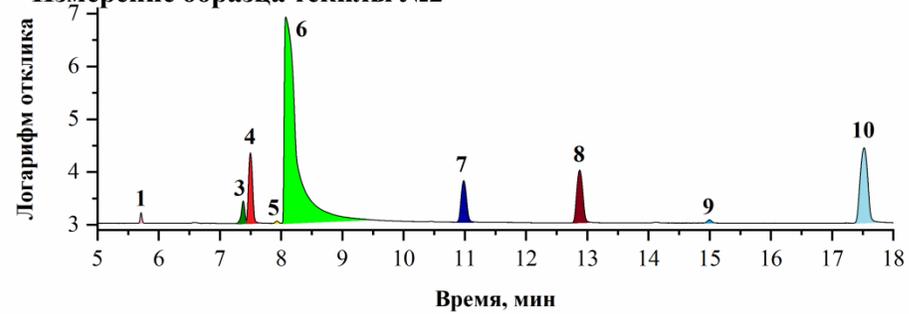
Измерение образца текилы №1



Измерение образца текилы №2



Измерение образца текилы №2



- 1 – ацетальдегид
- 2 – метилацетат
- 3 – этилацетат
- 4 – метанол
- 5 – 2-пропанол
- 6 – этанол
- 7 – 1-пропанол
- 8 – изобутанол
- 9 – 1-бутанол
- 10 – изоамиловый спирт

Компонент	Среднее время удерживания, мин	Отклик, относительные единицы			ОСКО, %	RRF	Концентрация, мг/л безводного спирта			ОСКО, %
		Измерение 1	Измерение 2	Среднее значение			Измерение 1	Измерение 2	Среднее значение	
ацетальдегид	5,717	0,189	0,205	0,197	6,0	1,333	38,5	38,6	38,5	0,3
метилацетат	-	0,000	0,000	0,000	-	1,477	0	0	-	-
этилацетат	7,379	1,497	1,639	1,568	6,4	1,038	238	240	239	0,7
метанол	7,495	8,923	9,440	9,182	4,0	1,239	1691	1650	1671	1,7
2-пропанол	7,933	0,055	0,058	0,057	4,3	0,864	7,24	7,10	7,17	1,4
этанол	8,053	5158,4	5593,3	5375,8	5,7	1,000	789300	789300	789300	0,0
1-пропанол	10,973	2,961	3,225	3,093	6,0	0,692	314	315	314	0,3
изобутанол	12,886	3,551	3,839	3,695	5,5	0,597	324	323	324	0,2
1-бутанол	14,996	0,068	0,074	0,071	5,9	0,625	6,48	6,49	6,48	0,2
изоамилол	17,517	9,261	10,048	9,655	5,8	0,547	776	776	776	0,0

## 6.2 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют по форме, установленной документами системы менеджмента или иными документами предприятия.

Результаты должны включать следующую информацию:

- идентификационные данные (наименование или шифр пробы);
- дату проведения измерений;
- результаты измерений;
- фамилию оператора.

Гарантированный результат измерений массовой концентрации летучих компонентов, выдаваемый лабораторией, может быть представлен в виде:

$$\left(\bar{C}_*^i \pm U(\bar{C}_*^i)\right) \text{ мг/л безводного спирта, } k = 2, P = 95 \%,$$

где  $U(\bar{C}_*^i)$  – абсолютное значение расширенной неопределенности измерений, мг/л безводный спирта, которое рассчитывается по формуле

$$U(\bar{C}_*^i) = \frac{U^i}{100\%} \cdot \bar{C}_*^i, \quad (7)$$

где  $U^i$  — относительная расширенная неопределенность ([таблица 1](#)).

# 7. Контроль точности результатов измерений

## 7.1 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов осуществляют согласно п. 5.2.2 [СТБ ИСО 5725-6-2002](#). Результаты измерений должны быть получены в условиях повторяемости.

Результаты параллельных измерений признаются приемлемыми, и окончательный результат измерений является их средним арифметическим, если выполняется условие

$$\frac{2 \cdot |C_{*1}^i - C_{*2}^i|}{C_{*1}^i + C_{*2}^i} \cdot 100 \% \leq 2,8 \cdot s_r, \quad (8)$$

где 2 – число параллельных определений;

$\bar{C}_{*1}^i, \bar{C}_{*2}^i$  – результаты параллельных определений массовой концентрации  $i$ -го компонента в анализируемой пробе, мг/л безводного спирта,

$s_r$  – относительное среднее квадратичное стандартное отклонение повторяемости, % ([таблица 1](#)).

## 7.1 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости

Пример: [результаты измерений образца текилы](#)

Компонент	Среднее время удерживания, мин	Концентрация, мг/л безводного спирта			Проверка выполнения условия (8): $\frac{2 \cdot  C_{*1}^i - C_{*2}^i }{C_{*1}^i + C_{*2}^i} \cdot 100 \% \leq 2,8 \cdot s_r,$		
		Измерение 1	Измерение 2	Среднее значение	$\frac{2 \cdot  C_{*1}^i - C_{*2}^i }{C_{*1}^i + C_{*2}^i} \cdot 100 \%$	$2,8 \cdot s_r, \%$	Результат
ацетальдегид	5,717	38,5	38,6	38,5	1,6	6,4	Условие (8) выполняется
метилацетат	-	0	0	0	-		
этилацетат	7,379	238	240	239	1,3	6,4	
метанол	7,495	1691	1650	1671	0,2	4,2	
2-пропанол	7,933	7,24	7,10	7,17	3,2	14,3	
этанол	8,053	789300	789300	789300	0,0	6,4	
1-пропанол	10,973	314	315	314	0,7	6,4	
изобутанол	12,886	324	323	324	1,3	6,4	
1-бутанол	14,996	6,48	6,49	6,48	2,9	14,3	
изоамилол	17,517	776	776	776	0,8	6,4	

## 7.2 Контроль правильности

Контроль правильности определения массовой концентрации летучих компонентов проводят путем анализа образца с заранее известным значением массовой концентрации летучего компонента.

В качестве образца с заранее известным значением массовой концентрации летучих компонентов могут быть использованы:

- стандартный образец;
- градуировочные растворы «3», «2», «1», «D», «B», «A».

Правильность результатов измерений признается удовлетворительной, если выполняется условие (10):

$$\frac{|\bar{C}_*^i(k)_{изм} - \bar{C}_*^i(k)_{расч}|}{\bar{C}_*^i(k)_{расч}} \cdot 100\% \leq 2 \cdot \sqrt{s_{I(ТО)}^2 - \frac{s_r^2}{2}}. \quad (10)$$

где  $s_r$  – относительное среднее квадратичное стандартное отклонение повторяемости, % ([таблица 1](#)).

$s_{I(ТО)}$  – относительное среднее квадратичное стандартное отклонение промежуточной прецизионности, % ([таблица 1](#)).

## 7.2 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости

**Пример:** результаты измерений градуировочного раствора «1»

Компонент	Паспортное значение концентрации градуировочного раствора «1», мг/л безводного спирта	Концентрация, мг/л безводного спирта			Проверка выполнения условия (10): $\frac{ \bar{C}_*^i(k)_{изм} - \bar{C}_*^i(k)_{расч} }{\bar{C}_*^i(k)_{расч}} \cdot 100\% \leq 2 \cdot \sqrt{s_{I(ТО)}^2 - \frac{s_r^2}{2}}$		
		Измерение 1	Измерение 2	Среднее значение	$\frac{ \bar{C}_*^i(k)_{изм} - \bar{C}_*^i(k)_{расч} }{\bar{C}_*^i(k)_{расч}} \cdot 100\%$	$2 \cdot \sqrt{s_{I(ТО)}^2 - \frac{s_r^2}{2}}$	Результат
ацетальдегид	26,9	25,6	26,0	25,8	4,0	5,4	Условие (10) выполняется
метилацетат	25,3	26,1	26,4	26,3	3,7	5,4	
этилацетат	25,5	24,5	25,2	24,8	2,5	5,4	
метанол	30,8	31,7	31,6	31,7	2,7	3,6	
2-пропанол	26,1	25,8	25,3	25,5	2,3	5,4	
этанол	789300	789300	789300	24,7	0,0	5,4	
1-пропанол	24,9	24,4	25,0	25,1	1,0	5,4	
изобутанол	25,2	25,0	25,1	24,9	0,4	5,4	
1-бутанол	25,1	24,9	24,9	25,0	0,8	5,4	
изоамилол	25,2	25,0	24,9	25,8	0,8	5,4	