

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201800397** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2019.11.29

(51) Int. Cl. *G01N 1/28* (2006.01)
G01N 30/02 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2018.05.23

(54) **СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРИМЕСЕЙ В ЭТАНОЛСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ И СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРИМЕСЕЙ В ЭТАНОЛСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УКАЗАННОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА**

(96) 2018/ЕА/0039 (ВУ) 2018.05.23

(71) Заявитель:
**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ "ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ" БГУ (ВУ)**

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

(74) Представитель:
Вашук Г.В., Шипица В.В. (ВУ)

(57) Изобретение относится к способу приготовления стандартного образца для определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом, а также к способу определения концентрации примеси в этанолсодержащей жидкости с использованием указанного стандартного образца. Изобретение может быть использовано для контроля качества спирта этилового при его производстве и производстве содержащих его продуктов, в частности ликероводочной продукции. Заявляемый способ приготовления стандартного образца отличается тем, что концентрации внесенных определяемых соединений многократно превышают концентрации примесей, содержащихся в исходном спирте этиловом, а также тем, что при установлении концентраций соединений в приготовленном стандартном образце учитывают их содержание в исходном спирте этиловом.

A1

201800397

201800397

A1

Способ приготовления стандартного образца для определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом и способ определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости с использованием указанного стандартного образца

Изобретение относится к производству этилового спирта и содержащих его продуктов, в частности, к ликероводочной продукции, а именно к области контроля качества спирта этилового и изготовленной из него продукции.

Для контроля качества спирта этилового и спиртовой продукции, в частности, в пищевой промышленности, применяются различные методы оценки содержания летучих примесей (токсичных микропримесей). Органолептический метод, например, предписывается межгосударственным стандартом [1]. Однако такие методы не могут обеспечить количественные оценки содержания примесей, более того, некоторые вещества, такие как метанол, не могут быть идентифицированы органолептическим способом. По этой причине используют аппаратные методы анализа.

Наиболее высокую точность измерения содержания летучих примесей в спиртных напитках обеспечивают газохроматографические методы [2-6]. Описаны газохроматографические способы определения конкретных примесей, в частности, способ определения массовой концентрации метилового спирта в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках [7], способ определения массовой концентрации уксусного альдегида в коньячных или плодовых спиртах, коньяках бренди или коньячных напитках [8], способ определения массовой концентрации метилового и этилового эфиров уксусной кислоты в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках [9], способ определения массовой концентрации сивушного масла в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках [10], способ определения массовой концентрации сложных эфиров в коньячных спиртах, коньяках или бренди [11].

Недостатком вышеуказанных способов является низкая точность установления величин концентраций исследуемых летучих примесей в приготавливаемых стандартных образцах. Это обусловлено отсутствием процедуры учета величин концентраций летучих примесей в исходном спирте этиловом, используемом для приготовления стандартных образцов. Как следствие, способ определения концентраций летучих примесей в алкогольной продукции с использованием указанных стандартных образцов имеет низкую точность.

Наиболее близким к настоящему изобретению является способ определения содержания примесей в водке и спирте этиловом ректифицированном по стандарту СТБ ГОСТ Р 51698-2001 [12]. Согласно [12], определение градуировочных характеристик газового хроматографа осуществляют путем анализа набора государственных стандартных образцов (ГСО) ГСО 8404-2003 [13] или ГСО 8405-2003 [14] количественного содержания токсичных микропримесей в водно-спиртовых растворах. Данные ГСО готовят путем смешения воды, спирта этилового ректифицированного и определяемых летучих примесей. Этиловый спирт, используемый для приготовления, удовлетворяет требованиям ГОСТ 5962-2013 [15] и содержит токсичные микропримеси в концентрациях, сопоставимых и даже превышающих концентрации примесей, заявляемых в паспортах на стандартные образцы. При установлении аттестованных величин ГСО не учитывается содержание летучих примесей в исходном спирте этиловом, используемом

ЗАМЕНЯЮЩИЙ ЛИСТ

в процессе приготовления и, как следствие, не обеспечивается достоверность заявляемых аттестованных параметров стандартного образца. Таким образом, величины градуировочных характеристик измерительного прибора, полученные по результатам анализа ГСО 8404-2003 или ГСО 8405-2003, могут принимать значения, существенно отличающиеся от истинных.

Задачей, решаемой заявляемым изобретением, является повышение точности установления концентраций исследуемых летучих примесей, таких как спирты, эфиры, альдегиды, в приготавливаемых стандартных образцах, и повышение точности измерения содержания летучих примесей в этанолсодержащей продукции.

Указанная задача решается заявляемым способом приготовления стандартного образца для определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом, заключающимся в том, что готовят водно-этанольный раствор с содержанием безводного этанола равным 40 об. % путем смешения воды и 96,2-96,3 об. % спирта этилового ректифицированного, в полученный раствор вносят навески каждого из определяемых соединений в количестве 200-300 мг/л в пересчете на безводный этанол, что многократно превышает величины концентраций летучих компонентов в спирте этиловом по ГОСТ 5962-2013, рассчитывают концентрацию каждого определяемого соединения в приготовленном растворе в размерности мг/л безводного этанола по следующей формуле:

$$C_i^{st}(0) = \rho_{Eth} \cdot \frac{C_i^i \cdot m_i^{st}}{C_{W-Eth,40\%}^{Eth} \cdot m_{W-Eth,40\%}^{st}}, \quad (1)$$

где ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

C_i^i – массовая концентрация определяемого соединения в навеске, мг/мг;

m_i^{st} – масса навески определяемого соединения, мг;

$C_{W-Eth,40\%}^{Eth}$ – массовая концентрация безводного этанола в приготовленном водно-этанольном растворе, мг/мг;

$m_{W-Eth,40\%}^{st}$ – масса водно-этанольного раствора, мг,

регистрируют хроматограмму полученного раствора и определяют относительные коэффициенты отклика нулевого приближения каждого определяемого соединения относительно этанола по следующей формуле:

$$RRF_i^{Eth}(0) = \frac{C_i^{st}(0)}{A_i^{st}} \cdot \frac{A_{Eth}^{st}}{\rho_{Eth}}, \quad (2)$$

где A_i^{st} и A_{Eth}^{st} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и этанол, соответственно,

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

$C_i^{st}(0)$ – концентрация определяемого соединения в приготовленном растворе, мг/л безводного этанола,

газохроматографически измеряют концентрацию определяемого соединения в ректифицированном этиловом спирте, использованном для приготовления исходного раствора, и рассчитывают концентрацию в размерности мг/л безводного этанола определяемого соединения в нем, используя установленные относительные коэффициенты отклика нулевого приближения по следующей формуле:

$$C_i^{Eth}(0) = RRF_i^{Eth}(0) \cdot \frac{A_i^{st}}{A_{Eth}^{st}} \cdot \rho_{Eth} \quad (3)$$

где A_i^{st} и A_{Eth}^{st} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и безводный этанол, соответственно,

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

$RRF_i^{Eth}(0)$ – относительный коэффициент отклика нулевого приближения на определяемое соединение относительно безводного этанола,

уточняют концентрацию в размерности мг/л безводного этанола каждого определяемого соединения в полученном растворе, принимая в расчет содержание указанного определяемого соединения в ректифицированном этиловом спирте, используемом для приготовления исходного раствора, по следующей формуле:

$$C_i^{st} = \rho_{Eth} \cdot \frac{C_i^i \cdot m_i^{st} + C_i^{Eth}(0) \cdot C_{W-Eth,40\%}^{Eth} \cdot m_{W-Eth,40\%}^{st} / \rho_{Eth}}{C_{W-Eth,40\%}^{Eth} \cdot m_{W-Eth,40\%}^{st}}, \quad (4)$$

где ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

C_i^i – массовая концентрация определяемого соединения в навеске; мг/мг;

m_i^{st} – масса навески определяемого соединения; мг;

$C_{W-Eth,40\%}^{Eth}$ – массовая концентрация безводного этанола в приготовленном водно-этанольном растворе, мг/мг; $m_{W-Eth,40\%}^{st}$ – масса водно-этанольного раствора, мг;

$C_i^{Eth}(0)$ – концентрация определяемого соединения в приготовленном растворе, мг/л безводного этанола.

Определяемые соединения выбраны из группы, включающей ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, изобутанол, 1-бутанол, изоамилол. Указанные соединения подлежат количественному определению в подавляющем большинстве технико-нормативных правовых актов [16-22]. Данный метод может быть реализован и для других летучих компонентов.

Указанный способ приготовления стандартного образца отличается тем, что концентрации внесенных определяемых соединений многократно превышают концентрации примесей, содержащихся в исходном спирте этиловом, а также тем, что при установлении концентраций соединений в приготовленном стандартном образце учитывают их содержание в исходном спирте этиловом.

Еще одним объектом изобретения является способ определения концентрации летучих примесей в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом, в соответствии с которым регистрируют хроматограмму стандартного образца, приготовленного вышеописанным способом, по которой определяют относительные коэффициенты отклика детектора хроматографа для каждого определяемого соединения относительно безводного этанола по формуле:

$$RRF_i^{Eth} = \frac{C_i^{st}}{A_i^{st}} \cdot \frac{A_{Eth}^{st}}{\rho_{Eth}}, \quad (5)$$

где A_i^{st} и A_{Eth}^{st} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и безводный этанол, соответственно;

C_i^{St} – величина концентрации в размерности мг/л безводного этанола определяемого соединения в стандартном образце;

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л:

регистрируют хроматограмму исследуемой этанолсодержащей жидкости и рассчитывают величины концентраций определяемых соединений в размерности мг/л безводного спирта по следующей формуле:

$$C_i^{sample} = RRF_i^{Eth} \cdot \frac{A_i^{sample}}{A_{Eth}^{sample}} \cdot \rho_{Eth}, \quad (6)$$

где A_i^{sample} и A_{Eth}^{sample} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и этанол в исследуемом образце, соответственно,

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола,

RRF_i^{Eth} – относительный коэффициент отклика на определяемое соединение относительно этанола.

Поставленная цель повышения точности величин концентраций летучих примесей в приготавливаемых стандартных образцах и повышение точности измерения содержания летучих примесей в алкогольной и этанолсодержащей продукции достигается за счет корректного учета величин концентраций летучих компонентов в этиловом спирте ректифицированном, используемом для приготовления стандартного образца, используемого для калибровки газового хроматографа при определении летучих примесей в алкогольной и спиртосодержащей продукции.

Изобретение подтверждается нижеприведенными примерами конкретного выполнения заявляемых способов, не ограничивающих объем изобретения.

Пример 1.

В качестве измерительного прибора использовали газовый хроматограф «Кристалл-5000», оснащенный пламенно-ионизационным детектором (ПИД) и капиллярной колонкой с полярной фазой, обеспечивающей полное разделение анализируемых компонентов.

Гравиметрически были приготовлены водно-этанольные 40 об. % стандартные образцы С и QC с концентрациями летучих примесей порядка 250 мг/л и 1,5 мг/л в пересчёте на безводный спирт, соответственно, в соответствии с рекомендациями ASTM D 4307-99 [23] путем смешения воды, спирта этилового ректифицированного по [24] и индивидуальных химических соединений. Стандартный образец С (Calibration) предназначен для установления калибровочной характеристики прибора, а именно величины относительных коэффициентов отклика исследуемых примесей относительно этанола в соответствии с формулой (5). Стандартный образец QC (Quality Control) представляет собой водно-этанольный 40 об. % раствор с низкими концентрациями внесенных определяемых соединений и предназначен для контроля правильности получаемых результатов измерений. Предварительно были определены концентрации летучих примесей в спирте этиловом ректифицированном по формулам (1-3) с использованием стандартного образца С в качестве калибровочного. Величины концентраций летучих примесей в стандартных образцах С и QC представлены в Таблице 1 и Таблице 2, соответственно. Определение концентраций в стандартном образце QC было выполнено по предложенному способу, в соответствии с формулой (4). Было учтено, что источниками примесей в стандартном образце QC являются не только гравиметрически внесенные

соединения, но и соединения, внесенные со спиртом этиловым ректифицированным при приготовлении. В Таблице 2 указана относительная разность концентраций примесей, рассчитанных с учетом и без учета содержания примесей в спирте этиловом, использованном при приготовлении стандартных образцов.

Таблица 1. Характеристики приготовленного стандартного образца С.

Название летучей примеси	Концентрация летучей примеси в этаноле, мг/л АА ¹	Концентрация летучей примеси, $C_i(0)$, мг/л АА	Концентрация летучей примеси, C_i , мг/л АА	Измеренный отклик летучей примеси, произвольные единицы	Относительный коэффициент отклика (RRF) летучей примеси относительно этанола
ацетальдегид	1,84	221,2	223,0	2,40	1,32
метилацетат		241,9	241,9	2,27	1,51
этилацетат		233,0	233,0	2,52	1,31
метанол	17,57	253,4	270,9	3,16	1,22
2-пропанол	1,15	256,8	257,9	4,13	0,89
этанол	789300	789300	789300	11210	1,00
1-пропанол		265,0	265,0	5,66	0,66
изобутанол		275,3	275,3	6,17	0,63
1-бутанол		264,3	264,3	5,98	0,63
изоамилол		276,4	276,4	6,32	0,62

Таблица 2. Характеристики приготовленного стандартного образца QС.

Название летучей примеси	Концентрация летучей примеси в этаноле, мг/л АА	Концентрация летучей примеси, $C_i(0)$, мг/л АА	Концентрация летучей примеси, C_i , мг/л АА	Относительная разность концентраций*, %
ацетальдегид	1,84	0,80	2,64	-69,7
метилацетат	–	0,83	0,83	0,0
этилацетат	–	1,01	1,01	0,0
метанол	17,57	21,00	38,57	-45,6
2-пропанол	1,15	1,60	2,75	-41,8
этанол	789300	789300	789300	0,0
1-пропанол	–	1,47	1,47	0,0
изобутанол	–	1,55	1,55	0,0
1-бутанол	–	1,82	1,82	0,0
изоамилол	–	2,05	2,05	0,0

* Разность величин концентраций летучих компонентов, рассчитанных без учёта ($C_i(0)$) и с учётом (C_i) наличия примесей в этиловом спирте, использованном при приготовлении стандартного образца.

Отсутствие учета наличия примесей в спирте этиловом по [24], используемом для приготовления стандартного образца, приводит к существенному, более 40 %, смещению рассчитанных величин концентраций относительно реального значения. Напротив, учёт содержания примесей в спирте этиловом позволяет увеличить точность расчёта величин концентрации соединений в стандартном образце.

¹ в пересчете на безводный спирт (Absolute Alcohol)

Источники информации

1. Commission Regulation (EC) No 2870/2000 of 19 December 2000 laying down Community reference methods for the analysis of spirits drinks. Official Journal of the European Communities. 29.12.2000. 27 p.
2. International Organization of Vine and Wine (OIV). Compendium of international methods of analysis of spirituous beverages of viti-vinicultural origin. Determination of the principal volatile substances of spirit drinks of viti-vinicultural origin. OIV-MA-BS-14 : R2009. 12 p.
3. International Organization of Vine and Wine (OIV). Compendium of international methods of analysis of spirituous beverages of viti-vinicultural origin. Propanol-2-ol determination by gas chromatography. OIV-MA-BS-20: R2009. 1 p.
4. AOAC Official Methods 972.10. Alcohol (higher) and ethyl acetate in distilled liquors. Alternative gas chromatographic method. AOAC International. 2005. 1 p.
5. AOAC Official Methods 972.11. Methanol in distilled liquors. Gas chromatographic method. AOAC International. 2005. 1 p.
6. Способ определения массовой концентрации метилового спирта в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках. Патент ВУ 11864, 30.04.2009.
7. Способ определения массовой концентрации уксусного альдегида в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках. Патент ВУ 11865, 30.04.2009.
8. Способ определения массовой концентрации метилового и этилового эфиров уксусной кислоты в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках. Патент ВУ 11866, 30.04.2009.
9. Способ определения массовой концентрации сивушного масла в коньячных или плодовых спиртах, коньяках, бренди или коньячных напитках. Патент ВУ 11867, 30.04.2009.
10. Способ определения массовой концентрации сложных эфиров в коньячных спиртах, коньяках или бренди. Патент ВУ 18366, 30.06.2014
11. Способ определения объемной доли метилового спирта в спиртных напитках методом газовой хроматографии. Заявка на изобретение RU 2015138668, 16.03.2017.
12. СТБ ГОСТ Р 51698-2001 Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей.
13. СО состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС) по ГОСТ Р 30536-2013, ГСО 8404-2003.
14. СО состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ) ГОСТ Р 30536-2013, ГСО 8405-2003.
15. ГОСТ 5962-2013. Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия.
16. Regulation (EC) No 110/2008 of the European Parliament and of the Council of 15 January 2008 on the definition, description, presentation, labelling and the protection of geographical indications of spirit drinks and repealing Council Regulation (EEC) No 1576/89.
17. Государственная фармакопея Республики Беларусь, Т. 2, 2007. – 471 с.
18. ГОСТ 33723-2016. Дистиллят зерновой. Технические условия.
19. ГОСТ 33833-2016. Напитки спиртные. Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта.
20. ГОСТ 33834-2016. Продукция винодельческая и сырье для ее производства. Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов.
21. ГОСТ Р 55983-2014. Фракция головная этилового спирта. Технические условия.
22. Санитарные нормы и правила: СанНиП 21.06.2013 – 52. Требования к продовольственному сырью и пищевым продуктам: нормативно-технический материал, 371 с.
23. ASTM D 4307-99. Standard Practice for Preparation of Liquid Blends for Use as Analytical Standards.
24. ГОСТ 30536-2013. Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей.

Формула изобретения

1. Способ приготовления стандартного образца для определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом, заключающийся в том, что готовят водно-этанольный раствор с содержанием безводного этанола равным 40 об. % путем смешения воды и 96,2-96,3 об. % спирта этилового ректификованного, в полученный раствор вносят навески каждого из определяемых соединений в количестве 200-300 мг/л в пересчете на безводный этанол, рассчитывают концентрацию каждого определяемого соединения в приготовленном растворе в размерности мг/л безводного этанола по следующей формуле:

$$C_i^{Eth}(0) = \rho_{Eth} \cdot \frac{C_i^i \cdot m_i^{st}}{C_{W-Eth,40\%}^{Eth} \cdot m_{W-Eth,40\%}^{st}} \quad (1)$$

где ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

C_i^i – массовая концентрация определяемого соединения в навеске, мг/мг;

m_i^{st} – масса навески определяемого соединения, мг;

$C_{W-Eth,40\%}^{Eth}$ – массовая концентрация безводного этанола в приготовленном водно-этанольном растворе, мг/мг;

$m_{W-Eth,40\%}^{st}$ – масса водно-этанольного раствора, мг,

регистрируют хроматограмму полученного раствора и определяют относительные коэффициенты отклика нулевого приближения каждого определяемого соединения относительно этанола по следующей формуле:

$$RRF_i^{Eth}(0) = \frac{C_i^{st}(0)}{A_i^{st}} \cdot \frac{A_{Eth}^{st}}{\rho_{Eth}}, \quad (2)$$

где A_i^{st} и A_{Eth}^{st} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и этанол, соответственно,

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

$C_i^{st}(0)$ – концентрация определяемого соединения в приготовленном растворе, мг/л безводного этанола,

газохроматографически измеряют концентрацию определяемого соединения в ректификованном этиловом спирте, использованном для приготовления исходного раствора, и рассчитывают концентрацию в размерности мг/л безводного этанола определяемого соединения в нем, используя установленные относительные коэффициенты отклика нулевого приближения по следующей формуле:

$$C_i^{Eth}(0) = RRF_i^{Eth}(0) \cdot \frac{A_i}{A_{Eth}} \cdot \rho_{Eth}, \quad (3)$$

где A_i^{st} и A_{Eth}^{st} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и безводный этанол, соответственно,

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

$RRF_i^{Eth}(0)$ – относительный коэффициент отклика нулевого приближения на определяемое соединение относительно безводного этанола, уточняют концентрацию в размерности мг/л безводного этанола каждого определяемого соединения в полученном растворе, принимая в расчет содержание указанного определяемого соединения в ректификованном этиловом спирте, используемом для приготовления исходного раствора, по следующей формуле:

$$C_i^{st} = \rho_{Eth} \cdot \frac{C_i^i \cdot m_i^{st} + C_i^{Eth}(0) \cdot C_{W-Eth,40\%}^{Eth} \cdot m_{W-Eth,40\%}^{st} / \rho_{Eth}}{C_{W-Eth,40\%}^{Eth} \cdot m_{W-Eth,40\%}^{st}}, \quad (4)$$

где ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

C_i^i – массовая концентрация определяемого соединения в навеске, мг/мг;

m_i^{st} – масса навески определяемого соединения, мг;

$C_{W-Eth,40\%}^{Eth}$ – массовая концентрация безводного этанола в приготовленном водно-этанольном растворе, мг/мг;

$m_{W-Eth,40\%}^{st}$ – масса водно-этанольного раствора,

мг; $C_i^{Eth}(0)$ – концентрация определяемого соединения в приготовленном растворе, мг/л безводного этанола.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что определяемые соединения выбраны из группы, включающей ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, изобутанол, 1-бутанол, изоамилол.

3. Стандартный образец, приготовленный способом по п.1.

4. Способ определения концентрации примеси в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом, заключающийся в том, что регистрируют хроматограмму приготовленного способом по п.1 стандартного образца, по которой определяют относительные коэффициенты отклика детектора хроматографа для каждого определяемого соединения относительно безводного этанола по формуле:

$$RRF_i^{Eth} = \frac{C_i^{st}}{A_i^{st}} \cdot \frac{A_{Eth}^{st}}{\rho_{Eth}}, \quad (5)$$

где A_i^{st} и A_{Eth}^{st} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и безводный этанол, соответственно;

C_i^{st} – величина концентрации в размерности мг/л безводного этанола определяемого соединения в стандартном образце;

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

регистрают хроматограмму исследуемой этанолсодержащей жидкости и рассчитывают величины концентраций определяемых соединений в размерности мг/л безводного этанола по следующей формуле:

$$C_i^{sample} = RRF_i^{Eth} \cdot \frac{A_i^{sample}}{A_{Eth}^{sample}} \cdot \rho_{Eth}, \quad (6)$$

где A_i^{sample} и A_{Eth}^{sample} – величины отклика детектора хроматографа в произвольных единицах на определяемое соединение и этанол в исследуемом образце, соответственно,

ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, мг/л;

RRF_i^{Eth} – относительный коэффициент отклика на определяемое соединение относительно этанола.

5. Способ по п.4, отличающийся тем, что определяемые соединения выбраны из группы, включающей ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, изобутанол, 1-бутанол, изоамилол.

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)Номер евразийской заявки:
201800397

Дата подачи: 23 мая 2018 (23.05.2018)		Дата испрашиваемого приоритета:	
Название изобретения: Способ приготовления стандартного образца для определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости газохроматографическим методом и способ определения концентрации примесей в этанолсодержащей жидкости с использованием указанного стандартного образца			
Заявитель: НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ "ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ" БГУ			
<input type="checkbox"/> Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа)			
<input type="checkbox"/> Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)			
А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:			
МПК: G01N 1/28 (2006.01) G01N 30/02 (2006.01)		СПК: G01N 1/28 (2017.08) G01N 2030/025 (2013.01)	
Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК			
Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:			
Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК) G01N 1/00, 1/28, 30/00, 30/02			
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:			
В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ			
Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей		Относится к пункту №
A	ЧЕРЕПИЦА С.В. и др. Использование этанола в качестве внутреннего стандарта при количественном определении содержания токсичных микропримесей в алкогольной продукции. Доклады Национальной академии наук Беларуси, 2012, том 56, №1, сс. 65-70		1-5
A	СТБ ГОСТ Р 51698-2001. Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей. Введен в действие 30.05.2001		1-5
A	ГОСТ 30536-2013. Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей. Введен в действие 28.06.2013		1-5
<input type="checkbox"/> последующие документы указаны в продолжении графы В		<input type="checkbox"/> данные о патентах-аналогах указаны в приложении	
* Особые категории ссылочных документов:			
"А" документ, определяющий общий уровень техники		"Г" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения	
"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее		"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности	
"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.		"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории	
"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета		"&" документ, являющийся патентом-аналогом	
"D" документ, приведенный в евразийской заявке		"L" документ, приведенный в других целях	
Дата действительного завершения патентного поиска:		04 декабря 2018 (04.12.2018)	
Наименование и адрес Международного поискового органа: Федеральный институт промышленной собственности РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА		Уполномоченное лицо:  М.А. Белугин Телефон № (499) 240-25-91	