

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 006.915:543.544:664

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-124-137>



Газохроматографическая методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах

Н. В. Шелехова  

Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии – филиал ФГБУН
«Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи», г. Москва, Россия
 4953610101@mail.ru

Аннотация: *Введение.* Акролеин – один из широко распространенных токсикантов. В условиях хронической интоксикации оказывает общераздражающее, аллергенное, мутагенное, канцерогенное, эмбриотоксическое воздействие на организм человека. Акролеин может содержаться в алкогольных напитках, некоторых продуктах питания, включая жиры и масла для жарки. Обзор научной литературы выявил значительные пробелы в знаниях о содержании акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, что объясняется недостаточной разработанностью надежных аналитических методик его определения. Содержание акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах нормативной документацией не регламентировано, что послужило предпосылкой проведения настоящего исследования. *Цель исследования.* Разработать экспрессную методику качественного и количественного определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах с применением метода газовой хроматографии. *Объекты и методы исследования.* Объектами исследования послужили модельные и градуировочные растворы акролеина, двадцати образцов фруктовых и зерновых дистиллятов. Аналитические исследования проводили на газовом хроматографе Agilent 6850 с пламенно-ионизационным детектированием. Для обработки хроматографических данных использовали программное обеспечение ChemStation A.10.02.

Результаты и обсуждение. В ходе исследований подобраны оптимальные режимы хроматографирования, обеспечивающие экспрессное определение содержания акролеина в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³ в зерновых и фруктовых дистиллятах без предварительной пробоподготовки за 4–5 мин. Установлена стабильность показателей «время удерживания» и «площадь пика» для акролеина. Экспериментально подтверждено, что градуировочный график для акролеина обладает линейной зависимостью в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³. Найдена корреляционная зависимость между концентрацией пробы и откликом детектора, коэффициент корреляции R^2 составляет не менее 0,99. Границы относительной погрешности разработанной методики при доверительной вероятности $P=0,95$ в диапазоне массовых концентраций от 0,3 до 10 мг/дм³ не превышают 28%.

Выводы. Предложен новый методический подход к определению акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, базирующийся на применении метода газовой хроматографии. В результате проведенных исследований разработана, аттестована и внедрена в промышленность «Методика измерений массовой концентрации акролеина в дистиллятах и спиртных напитках, приготовленных на их основе, методом газовой хроматографии». Применение разработанной методики позволит получать

новые экспериментальные данные о химическом составе спиртных напитков и будет способствовать повышению качества и безопасности алкогольной продукции.

Ключевые слова: акролеин, зерновые и фруктовые дистилляты, газовая хроматография, методика измерений, стандартные образцы, контроль качества и безопасности

Принятые сокращения: ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография; ГРСИ РФ – Государственный реестр средств измерений (Госреестр СИ); ГСО – стандартные образцы утвержденного типа; ГХ – газовая хроматография; МИ – методика измерений; МСО – межгосударственные стандартные образцы; ОСО – отраслевые стандартные образцы; ПИД – пламенно-ионизационный детектор; СО – стандартные образцы; СОП – стандартные образцы предприятий; ЯМР – ядерный магнитный резонанс.

Для цитирования: Шелехова Н. В. Газохроматографическая методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 124–137. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-124-137>

Статья поступила в редакцию 25.02.2025; одобрена после рецензирования 21.07.2025; принята к публикации 25.09.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Gas Chromatographic Method for Determination of Mass Concentration of Acrolein in Grain and Fruit Distillates

Natalya V. Shelekhova  

Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology – Affiliated Branch of the Federal Research Center
of Nutrition, Biotechnology and Food Safety, Moscow, Russia

 4953610101@mail.ru

Abstract: Introduction. Acrolein is one of the most widespread toxicants. Under conditions of chronic intoxication, it has a general irritant, allergenic, mutagenic, carcinogenic, embryotoxic effect on the human body. Acrolein can be found in alcoholic beverages, some food products, including fats and frying oils. A review of scientific literature revealed significant knowledge gaps about the acrolein content in grain and fruit distillates, which is explained by the insufficient development of reliable analytical methods for its determination. The content of acrolein in grain and fruit distillates is not regulated by regulatory documents, which served as a prerequisite for conducting this study.

Objective of the study. To develop an express method for the qualitative and quantitative determination of acrolein in grain and fruit distillates using the gas chromatography method.

Objects and methods of the study. The objects of the study were model and calibration solutions of acrolein of 20 samples of fruit and grain distillates. Analytical studies were performed on a gas chromatograph Agilent 6850 with flame ionization detection. ChemStation A.10.02 software was used to process the measurements.

Results and discussion. In the study, optimal chromatography modes were selected that ensure express determination of acrolein content in the mass concentration range of 0.3–10 mg/dm³ in grain and fruit distillates without preliminary sample preparation in 4–5 min. The stability of the „retention time“ and „peak area“ parameters for acrolein was established. It was experimentally confirmed that the calibration graph for acrolein has a linear dependence in the mass concentration range of 0.3–10 mg/dm³. A correlation dependence between the sample concentration and the detector response was found, the correlation coefficient R^2 is not less than 0.99. As a result of studies, a method for the qualitative and quantitative determination of acrolein in grain and fruit distillates was developed. The limits of relative error of the developed method with a confidence of $P = 0.95$ in the range of mass concentrations from 0.3 to 10 mg/dm³ are less than 28 %.

Conclusions. A new methodological approach to determining acrolein in grain and fruit distillates based on the gas chromatography method is proposed. The conducted research is the basis for the development of a metrologically certified method for the qualitative and quantitative determination of acrolein in alcoholic beverages and the development of reference materials to improve the measurement accuracy.

The development of this research area will provide new experimental data on the chemical composition of alcoholic beverages and will improve the quality and safety of alcoholic beverages.

Keywords: acrolein, grain and fruit distillates, gas chromatography, measurement methods, reference materials, quality and safety control

Abbreviators used: RM – reference material; IRM – interstate reference material; GSO – certified reference material; IRM – industry reference material; MP – measurement procedure, FID – flame ionization detector, GC – gas chromatography, HPLC – high-performance liquid chromatography, NMR – nuclear magnetic resonance, SRMI RF – State Register of Measuring Instruments

For citation: Shelekhova N. V. Gas chromatographic method for determination of mass concentration of acrolein in grain and fruit distillates. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):124–137. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-124-137>

The article was submitted 25.02.2025; approved after reviewing 21.07.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Акролеин – простейший ненасыщенный альдегид, бесцветная летучая жидкость с желтоватым оттенком, неприятным резким едким запахом пригорелых жиров – является лакризатором, обладает высокой токсичностью и относится к 2-му классу опасности [1]. Акролеин нашел широкое применение в химической, фармацевтической, текстильной, электротехнической промышленности, сельском хозяйстве применяется в качестве биоцида, является распространенным загрязнителем окружающей среды. К наиболее значимым источникам загрязнения относят пожары и выхлопные газы двигателей внутреннего сгорания, приготовление продуктов питания [2, 3].

Акролеин оказывает негативное воздействие на организм человека, провоцируя возникновение и развитие многочисленных заболеваний, в том числе болезни Альцгеймера, сердечно-сосудистых и респираторных заболеваний,

сахарного диабета, рассеянного склероза. Акролеин считается одним из наиболее токсичных и вредных компонентов сигаретного дыма. К группе высокого риска среди населения относятся курильщики табака и электронных сигарет [4].

Акролеин содержится в некоторых продуктах питания, включая жиры и масла для жарки. Широкое распространение акролеина в пищевых продуктах в основном связано с жаркой, выпечкой и ферментацией. Установлено, что содержание акролеина в пищевых продуктах существенно различается в зависимости от видов продуктов и условий их обработки. Всемирная организация здравоохранения определяет допустимое ежедневное потребление акролеина человеком в количестве 7,5 мкг на один килограмм массы тела [5].

Употребление алкогольных напитков является одним из путей проникновения акролеина в организм человека. Например, негативное

воздействие акролеина при употреблении игристых вин доказано проведенными исследованиями [6]. Акролеин может образовываться в ходе биотехнологических процессов брожения производств из глицерина при ферментации *Bacillus amarusylus* [7]. Бактерии, такие как *Lactobacillus*, являются производителями акролеина в вине [8]. Нагревание и кислый pH способствуют образованию акролеина [9]. Некоторые исследователи полагают, что при производстве спирта этилового ректификованного акролеин образуется в процессе водно-тепловой обработки сырья при поджаривании жиров, присутствующих в исходном сырье, а также в ходе технологического процесса ректификации [10–12].

Многочисленные научные труды посвящены исследованиям в области разработки и применения инструментальных методик определения акролеина в алкогольной продукции. Методом газовой хромато-масс-спектрометрии акролеин был обнаружен в коньяках в диапазоне массовых концентраций 1,42–2,23 мг/дм³ [13]. Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием акролеин в диапазоне массовых концентраций 0,67–11,10 мг/дм³ найден в шотландском виски [14]. Методом газовой хроматографии с времяпролетным масс-спектрометрическим детектированием в виноградном сусле и вине идентифицирован акролеин в диапазоне концентраций 0,001–0,001 5 мг/дм³ [15]. Методом ядерного магнитного резонанса в сидре выявлен акролеин в диапазоне концентраций 0,002 3–0,032 0 мг/дм³. Методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием определен акролеин в пиве 0,002 5–0,005 4 мг/дм³ [16].

На основании анализа литературных источников [5, 9, 13–16] можно сделать вывод, что наибольшие концентрации акролеина в исследованных напитках обнаружены в коньяках 1,42–2,23 мг/дм³ и виски 0,67–11,10 мг/дм³. Вероятно это объясняется высокими температурами в ходе технологического процесса дистилляции, которые могут вызвать термическое разложение или нежелательные реакции.

Содержание акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах нормативной документацией не регламентировано, что, по всей видимости,

связано с недостаточной разработанностью методики его идентификации [17–19]. Для разработки нормируемых показателей по акролеину необходима аттестованная методика измерений, поэтому создание высокоточной методики определения акролеина в спиртных напитках является важной аналитической задачей, решение которой будет способствовать повышению безопасности алкогольной продукции. Кроме того важно отметить, что на сегодняшний день в подсистеме ФИГС «Аршин»¹ отсутствуют стандартные образцы с аттестованной характеристикой массовой концентрации акролеина.

Цель исследования – на основе метода газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием разработать экспрессную методику идентификации и количественного определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Материалы и методы

В качестве *объектов исследований* выступали модельные и градуировочные растворы акролеина в диапазоне концентраций от 0,10 до 10,0 мг/дм³, образцы зерновых и фруктовых дистиллятов, полученные в лабораторных и производственных условиях.

Реактивы и реагенты: акролеин кат. № CS-T-01276 (Clearsynth, Индия) с содержанием основного вещества не менее 99 %. В качестве растворителя использовали спирт этиловый ректификованный сорта «Люкс» по ГОСТ 5962–2013². Для приготовления водно-спиртовых растворов использовали дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144–2018³.

Приготовление модельных растворов. Приготовление растворов проводили в лабораторных условиях в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха (20±2) °С. Готовили 6 уровней модельных растворов с массовой концентрацией акролеина 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. Готовили 3 уровня градуировочных растворов с массовой

¹ «Аршин» – ФИГС «Аршин» (подсистема Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений).

² ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

³ ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

концентрацией акролеина 0,84; 4,80; 8,4 мг/дм³. Колбы мерные исполнение 2-500-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770–74⁴. Микродозаторы одноканальные Biohit (Финляндия) переменным объемом 0,025–0,2 и 0,005–0,01 см³ с относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема не более $\pm 0,8$ и $\pm 2,5$ % соответственно.

Оборудование. Использовали газовый хроматограф Agilent модель 6850 А с автоматическим устройством для ввода проб G2613А и ПИД с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с и уровнем флуктуационных шумов нулевого сигнала $1 \cdot 10^{-13}$ рА (Agilent Technologies, США)⁵. Разделение компонентов проводили на капиллярной колонке высокой полярности HP-FFAP (полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой) кат. № 19091F-115E (Agilent Technologies, США) с толщиной неподвижной фазы 0,5 мкм, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм.

Для обработки результатов измерений применяли программное обеспечение Agilent ChemStation для GC Верс. А.10.02 [1757] (Agilent Technologies, США). Уровень защиты встроенного программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений «высокий» в соответствии с Р 50.2.077-2014⁶. Цифровой идентификатор ПО C928DFBAA981244EDD1F0DC96A63A58D. Алгоритм вычисления MD5. Влияние программного обеспечения хроматографа учтено при нормировании метрологических характеристик разрабатываемой методики.

Результаты измерений получали не менее чем в двух повторностях. За окончательный результат принимали среднеарифметическое значение ($C_{\text{ср}}$, мг/дм³) двух параллельных определений массовой концентрации акролеина, полученное в условиях повторяемости, если выполнялось условие приемлемости по формуле

$$\frac{2 \cdot |C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \leq r_i, \quad (1)$$

где 2 – число параллельных определений; C_{i1} , C_{i2} – результаты параллельных определений содержания i -го вещества в анализируемой пробе, мг/дм³; r_i – значение предела повторяемости i -го вещества, %; 100 – множитель для пересчета в проценты.

Для предварительной математической обработки и визуализации экспериментальных данных использовали программное обеспечение Microsoft Office Excel 2016.

Обсуждение результатов

На первом этапе работ проводили исследования по подбору оптимальных режимных параметров работы хроматографа. Для отработки условий хроматографирования готовили модельные растворы акролеина с массовой концентрацией 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. Приготовление растворов проводили в лаборатории, оборудованной приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.1.007–76⁷. Границы относительной погрешности приготовления растворов (при $P = 0,95$) составляли не более 5 %.

В ходе работ изучен ряд параметров, оказывающих влияние на хроматографическое разделение акролеина. Общеизвестно, что объем вводимой пробы оказывает значительное влияние на результаты анализа. Объем вводимой пробы подбирается с учетом чувствительности детектора и сорбционной емкости колонки. Температура испарителя оказывает влияние на процесс испарения пробы и должна устанавливаться выше температуры кипения наиболее высококипящих компонентов. Коэффициент деления потока в испарителе определяет, какая часть пробы попадает в капиллярную колонку, при этом слишком большой сброс будет снижать чувствительность, а слишком маленький приведет к перегрузке колонки. Оптимальная скорость потока газа-носителя подбирается опытным путем. Увеличение скорости потока газа-носителя азота может приводить к снижению эффективности колонки.

⁷ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

⁴ ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

⁵ Внесен в ГРСИ РФ рег. № 82089–21. Межповерочный интервал 1 раз в год, свидетельство о поверке № С-ДЫТ/11–03–2024/322541148.

⁶ Р 50.2.077-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Испытания средств измерений в целях утверждения типа. Проверка защиты программного обеспечения.

Нижний температурный предел работы капиллярной колонки для газовой хроматографии ограничивается температурой плавления жидкой фазы, верхний предел – летучестью жидкой фазы и чувствительностью детектора. Рекомендуемые скорости потока вспомогательных газов для пламенно-ионизационного детектора составляют: 200–400 мл/мин – для воздуха; 20–40 мл/мин – для водорода. Температура детектора не должна быть ниже температуры колонки [20–23].

При подборе оптимальных режимов работы газового хроматографа варьировали следующие параметры: объем ввода пробы, коэффициент деления потока, температура испарителя, скорость потока газа-носителя и вспомогательных газов, температура детектора. В результате проведенных исследований, на основании анализа научных источников, собственных исследований и накопленного опыта по подбору режимов разделения целевых компонентов предложены оптимальные режимные параметры (табл. 1).

С применением подобранных условий получены хроматограммы модельных растворов акролеина с массовой концентрацией 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. В качестве иллюстрации на рис. 1 изображена хроматограмма

модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 10,0 мг/дм³.

Интерпретация полученных хроматограмм показала, что пики целевого компонента симметричны, форма максимально приближена к гауссовой кривой с достаточной полнотой разрешения, соотношение пика к уровню шума составляет не менее чем 3:1.

На втором этапе работ проводили построение калибровочных зависимостей. Прибор

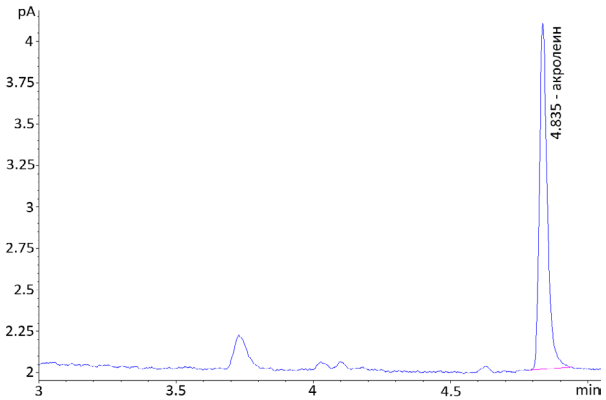


Рисунок подготовлен автором по собственным данным / The figure is prepared by the author using their own dat

Рис. 1. Хроматограмма модельного раствора акролеина массовой концентрацией 10,0 мг/дм³
Fig. 1. Chromatogram of a model solution of acrolein with a mass concentration of 10.0 mg/dm³

Таблица 1. Режимные параметры работы хроматографа для определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах
Table 1. Operating parameters of the chromatograph for determining acrolein in grain and fruit distillates

Варьируемые параметры	Выбранные параметры
Объем ввода пробы, мкл.	0,2–1,0
Коэффициент деления потока в испарителе, ед.	20:1, 25:1
Температура испарителя, °C	110–130
Температура детектора, °C	200–220
Скорость потока газа-носителя азота, мл/мин	1,2–1,4
Скорость потока водорода, мл/мин	20–30
Скорость потока воздуха, мл/мин	200–300
Температура термостата колонок, °C	70–80
Время анализа, мин	5–6

Таблица составлена автором по собственным данным / The table is prepared by the author using their own dat

градуировали по искусственным смесям методом абсолютной градуировки. Градуировку прибора выполняли в диапазоне предполагаемых концентраций акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, используя 6 уровней модельных растворов с массовой концентрацией акролеина 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³.

С применением программного обеспечения, входящего в состав хроматографической системы, записывали хроматограммы анализа каждого градуировочного раствора, регистрировали время удерживания и площади пиков. На рис. 2 представлен градуировочный график акролеина в диапазоне концентраций 0,10–10,0 мг/дм³.

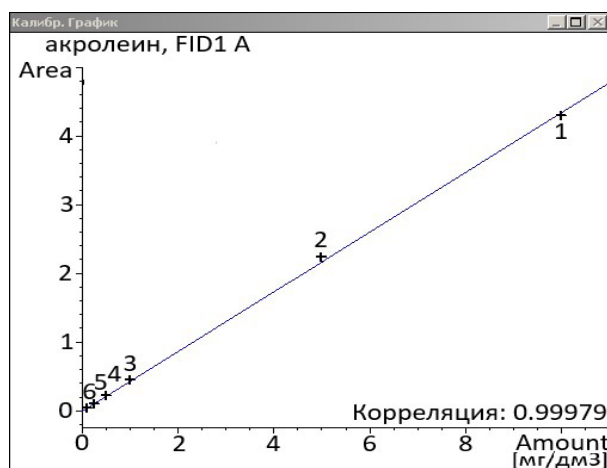


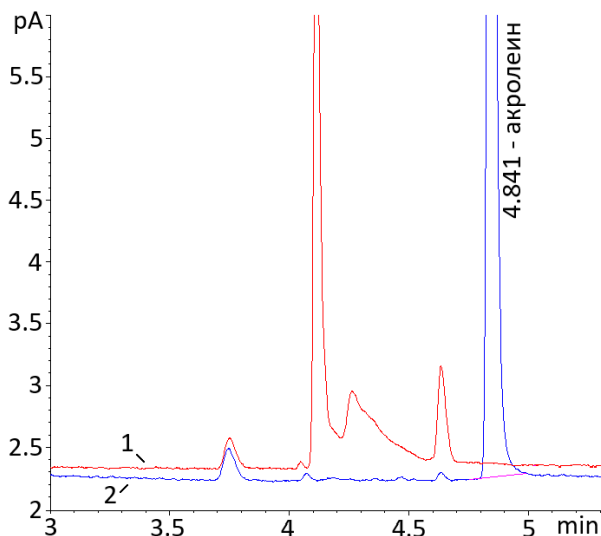
Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 2. Градуировочный график для акролеина
Fig. 2. Calibration graph for acrolein

Установлено, что градуировочный график для акролеина в координатах «концентрация – площадь пика» обладает линейной зависимостью в диапазоне массовых концентраций 0,1–10,0 мг/дм³, коэффициент корреляции R^2 составляет 0,999 79.

На следующем этапе исследований в целях выявления возможного матричного эффекта проведен анализ 10 образцов фруктовых и 10 образцов зерновых дистиллятов. На рис. 3 представлены совмещенные хроматограммы модельного раствора акролеина и хроматограммы зернового дистиллята.

На рис. 3 показано, что хроматографических наложений, препятствующих определению акролеина, не обнаружено. Таким образом,



1 – зерновой дистиллят, 2 – модельный раствор акролеина

Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 3. Совмещенные хроматограммы зернового дистиллята и модельного раствора акролеина
Fig. 3. Combined chromatograms of grain distillate and model solution of acrolein

анализ полученных в ходе проведенных исследований хроматограмм подтвердил отсутствие негативного влияния матрицы на идентификацию и количественное определение акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Для оценки возможного влияния матричного эффекта на показатель «время удерживания» проводили серию опытов с использованием 20 реальных проб зерновых и фруктовых дистиллятов. В ходе исследований экспериментально подтверждено: дрейф времени удерживания, вызванный повторными вводами проб, отсутствует, а значения коэффициента вариации не превышают 3 %, что свидетельствует об отсутствии влияния матрицы.

На четвертом этапе исследовали стабильность показателей «время удерживания» и «площадь пика». Важно отметить, что отсутствие сомнительных результатов (промахов) при наблюдениях является одним из важнейших условий правильного применения статистических оценок. Обычно промахи выявляются при статистической обработке результатов измерений и их целесообразно исключать из расчетов [22]. Выявление промахов следует проводить до определения погрешностей

измерений. Поэтому при проведении расчетов стабильности показателей «площадь пика» и «время удерживания» в целях отсеивания сомнительных результатов исключали минимальное и максимальное значения.

Для оценки стабильности проводили серию экспериментов с использованием модельных растворов с массовой концентрацией акролеина 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. Основные результаты исследований приведены на рис. 4 и 5.

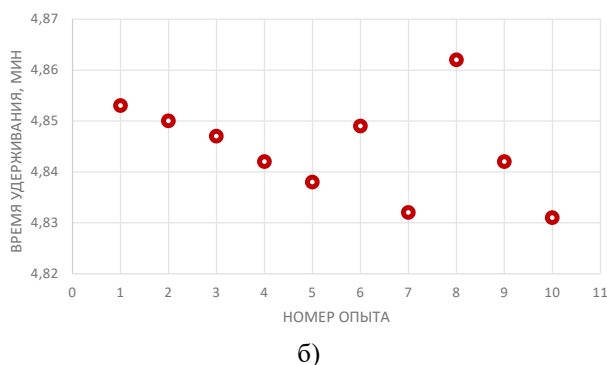
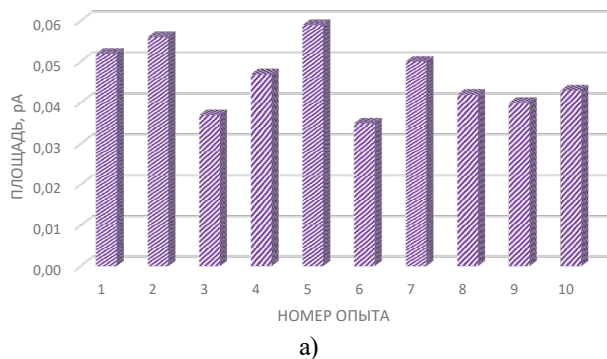


Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 4. Результаты исследования стабильности показателя: а) площадь пика, б) время удерживания для модельного раствора с массовой концентрацией акролеина 0,1 мг/дм³

Fig. 4. Results of the stability study of the indicator: а) peak area, б) retention time for a model solution with a mass concentration of acrolein of 0.1 mg/dm³

После исключения минимального и максимального значений анализ полученных результатов показал: среднее арифметическое значение для модельного раствора, содержащего 0,1 мг/дм³ акролеина, по параметру «время удерживания» – 4,844 мин, максимальное относительное расхождение – 0,25 %, минимальное – 0,18 %. Среднее арифметическое значение

по параметру «площадь пика» – 0,046 pA, максимальное относительное расхождение – 21,4 %, минимальное – 19,9 %.

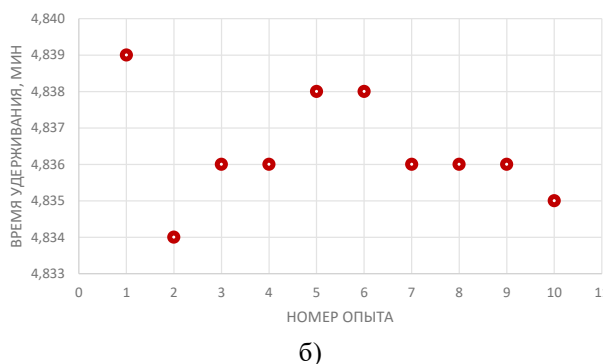
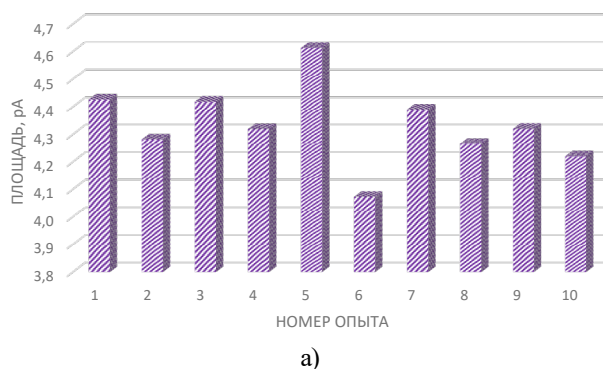


Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 5. Результаты исследования стабильности показателя: а) площадь пика, б) время удерживания для модельного раствора с массовой концентрацией акролеина 10,0 мг/дм³

Fig. 5. Results of the stability study of the indicator: а) peak area, б) retention time for a model solution with a mass concentration of acrolein of 10.0 mg/dm³

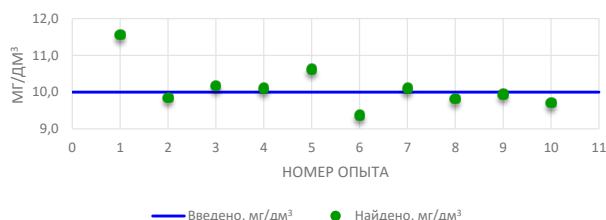
После исключения минимального и максимального значений среднее арифметическое значение для модельного раствора, содержащего 10,0 мг/дм³ акролеина, по параметру «время удерживания» составило 4,836 мин, минимальное относительное расхождение – 0,028 %, максимальное – 0,034 %. Среднее арифметическое значение по параметру «площадь пика» составило 4,33 pA, максимальное относительное расхождение – 2,58 %, минимальное – 2,21 %.

В целях подтверждения надежности определения содержания акролеина в диапазоне массовых концентраций от 0,10 до 10,0 мг/дм³ включительно в подобранных условиях (табл. 1) использовали метод

«введено – найдено», основанный на определении точно известного введенного количества вещества проверяемой методикой. На рис. 4 приведены результаты исследований для модельных растворов, содержащих акролеин массовой концентрацией 0,10 и 10,0 мг/дм³.



а)



б)

Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 6. Результаты исследований по методике «введено – найдено» для модельных растворов, содержащих акролеин массовой концентрацией:
а) 0,10 мг/дм³; б) 10,0 мг/дм³

Fig. 6. Results of studies using the „introduced-found“ method for model solutions containing acrolein with a mass concentration of A) 0.10 mg/dm³ and B) 10.0 mg/dm³

Среднее арифметическое значение составляло:

- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 0,10 мг/дм³ – 0,11 мг/дм³;
- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 10,0 мг/дм³ – 10,1 мг/дм³.

Максимальное и минимальное относительные расхождения между значениями «введено – найдено» составляли:

- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 0,10 мг/дм³ – не более 22,22 %.
- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 10,0 мг/дм³ – не более 6,02 %.

На завершающем этапе исследований рассчитывали метрологические характеристики. Для расчета метрологических характеристик разработанной методики готовили 3 уровня градуировочных растворов, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций. Метрологические характеристики градуировочных растворов рассчитывали в соответствии с РМГ 60–2003⁸. Результаты представлены в табл. 2.

Метрологические характеристики разработанной методики рассчитывали с учетом положений, регламентированных ГОСТ Р 8.563–2009⁹, ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002¹⁰, ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002¹¹. Диапазон измерений массовой концентрации акролеина, показатели повторяемости и воспроизводимости,

⁸ РМГ 60–2003 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.

⁹ ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений.

¹⁰ ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

¹¹ ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

Таблица 2. Метрологические характеристики градуировочных растворов

Table 2. Metrological characteristics of calibration solutions

Наименование компонента	А-1		А-2		А-3	
	Аттестованное значение, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95), %	Аттестованное значение, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95), %	Аттестованное значение, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95), %
акролеин	8,4	±2	4,2	±2	0,84	±2,5

Таблица составлена автором по собственным данным / The table is prepared by the author using their own data

предел повторяемости и границы относительной погрешности представлены в табл. 3.

Анализ полученных результатов подтвердил, что разработанная «Методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах методом газовой хроматографии» соответствует требованиям, предъявляемым к МИ.

На основании проведенных исследований разработана «Методика измерений массовой концентрации акролеина в дистиллятах и спиртных напитках, приготовленных на их основе, методом газовой хроматографии», получено свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 205–05/RA.RU.311787/2025.

Перспективы дальнейших исследований. Подчеркнем, что проблема получения достоверных и прослеживаемых результатов, полученных с применением инструментальных методов анализа, остается актуальной [24, 25]. В целях обеспечения единства измерений и требуемой точности измерений посредством градуировки, метрологического контроля средств измерения, контроля точности результатов измерений, валидации методик измерений используют СО [26, 27], в соответствии с ГОСТ8.315–97¹² подразделяя их по уровню утверждения (или признания) на МСО, ГСО, ОСО и СОП.

СО различных уровней признания широко применяют в аналитических лабораториях предприятий для градуировки и калибровки

¹²ГОСТ8.315–97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

Таблица 3. Показатели точности измерений

Table 3. Measurement accuracy indicators

Диапазон измерений массовой концентрации акролеина в пересчете на безводный спирт мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости, r , % $P = 0,95, n = 2$
От 0,3 до 5 включ.	28	8	12	22
Св. 5 до 10 включ.	20	5	8	14

Таблица составлена автором по собственным данным / The table is prepared by the author using their own dat

средств измерений, валидации и аттестации МИ, контроля точности результатов измерений, внутрилабораторного контроля результатов измерений [28, 29]. На основании вышеизложенного можно сделать вывод, что одной из приоритетных задач является разработка СО, являющихся незаменимым звеном цепи обеспечения метрологической прослеживаемости измерений. Важно, что развитие данного направления вносит вклад в решение актуальной задачи государственного масштаба – импортозамещения СО [30, 31].

Таким образом, проведенное исследование открывает пути для разработки СО акролеина в целях применения в контроле химического состава алкогольной продукции. СО могут быть использованы для градуировки газовых хроматографов, контроля точности результатов измерений, аттестации методик. Повышение точности измерений акролеина является важной аналитической задачей, решение которой будет способствовать получению надежных результатов и обеспечению высокого качества зерновых и фруктовых дистиллятов.

Выводы

Предложен новый методический подход к определению акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, базирующийся на применении метода газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием, обеспечивающий в сравнении с методами «мокрой химии» экономию времени на проведение анализов и снижение расхода реактивов и материалов.

Выявлена целесообразность, обоснована перспективность и экспериментально подтверждена возможность качественного и количественного определения акролеина методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Подобраны оптимальные режимы хроматографирования, обеспечивающие экспрессное определение акролеина в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³ в зерновых и фруктовых дистиллятах без предварительной пробоподготовки за 4–5 мин.

Установлена стабильность показателей «время удерживания» и «площадь пика» для акролеина. Показано, что максимальные расхождения составляют 0,25 и 21 % соответственно.

Экспериментально подтверждено, что градуировочный график для акролеина обладает линейной зависимостью в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³. Найдена корреляционная зависимость между показателями «отклик детектора» и «площадь пика», коэффициент корреляции R^2 составляет 0,99.

Доказано, что применение разработанной методики позволяет полностью разделять, обнаруживать, идентифицировать и с высокой степенью достоверности определять массовую концентрацию акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с разработанной МИ значение относительной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет не более 28 %.

Научная новизна заключается в том, что проведенное исследование по разработке методики определения акролеина позволяет расширить знания о химическом составе зерновых и фруктовых дистиллятов, усовершенствовать перечень маркеров для контроля качества и безопасности алкогольной продукции.

Практическая значимость состоит в том, что внедрение разработанной методики в практику производственных предприятий позволит повысить эффективность контроля качества и безопасности алкогольной продукции.

Перспективой проведенных исследований станет разработка СО для качественного

и количественного определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Благодарности: Автор выражает благодарность начальнику сектора отдела № 205 ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест» канд. хим. наук Ольге Липовне Рутенберг за помощь в проведении метрологических расчетов на завершающем этапе исследований.

Acknowledgments: The author expresses gratitude to the Sector Head of the Department № 205 of the Research Center for Applied Metrology – Rostest, Cand. Sci. (Chem.) Olga L. Rutenberg for her assistance in metrological calculations at the final stage of the research.

Вклад автора: Автор подтверждает единоличную ответственность за следующее: сбор данных, анализ и интерпретацию результатов, а также подготовку рукописи.

Contribution of the author: The author confirms sole responsibility for the following: data collection, analysis and interpretation of results, and manuscript preparation.

Конфликт интересов: Шелехова Н. В. является членом редакционного совета журнала «Эталоны. Стандартные образцы», но не имеет никакого отношения к решению опубликовать эту статью. Статья прошла принятую в журнале процедуру рецензирования. Автор декларирует отсутствие иных, явных и потенциальных, конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Conflict of interest: Shelekhova N. V. is a member of the Editorial Board of the journal „Measurement Standards. Reference Materials“, but has nothing to do with the decision to publish the article. The article has undergone the peer-review procedure adopted by the journal. Regarding other conflicts of interest, the author declares no conflicts of interest related to the publication of the article.

Финансирование: Исследования проведены за счет средств субсидии на выполнение государственного задания «Разработка инновационной системы оценки качества сырья для производства спиртных напитков и формирование новых требований к их идентификации», шифр № FGMF-2025–0009.

Funding: The research was funded by the subsidy for the state assignment „Development of an innovative system for assessing the quality

of raw materials for the production of alcoholic beverages and the formation of new requirements for their identification“, № FGMP-2025–0009.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Stevens J. F., Maier C. S.* Acrolein: sources, metabolism, and biomolecular interactions relevant to human health and disease // *Molecular Nutrition & Food Research*. 2008. Vol. 52, № 1. P. 7–25. <https://doi.org/10.1002/mnfr.200700412>
2. *Schieweck A., Uhde E., Salthammer T.* Determination of acrolein in ambient air and in the atmosphere of environmental test chambers // *Environmental Science: Processes & Impacts*. 2021. Vol. 23, № 11. P. 1729–1746. <https://doi.org/10.1039/d1em00221j>
3. Турук-Пчелина З. Ф. К вопросу о выделении акролеина в воздух при изготовлении пищи // *Гигиена и санитария*. 1960. Т. 39, № 5. С. 96–97.
4. Toxicology and risk assessment of acrolein in food / *K. Abraham* [et al.] // *Molecular Nutrition & Food Research*. 2011. Vol. 55, № 9. P. 1277–1290. <https://doi.org/10.1002/mnfr.201100481>
5. Origin and fate of acrolein in foods / *K. Jiang* [et al.] // *Foods*. 2022. Vol. 11, № 13. P. 1976. <https://doi.org/10.3390/foods11131976>
6. Exposure risk to carbonyl compounds and furfuryl alcohol through the consumption of sparkling wines / *G. P. Peterle* [et al.] // *Ciência Rural*. 2019. Vol. 49, № 3. P. e20180986. <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20180986>
7. Acrolein production by bacteria found in distillery grain mashers / *W. C. Serjak* [et al.] // *Journal of Applied Microbiology*. 1954. № 2. P. 14–20. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.14-20.1954>
8. *Sobolov M., Smiley K. L.* Metabolism of glycerol by an acrolein-forming lacto-bacillus // *Journal of Bacteriology*. 1960. Vol. 79, № 2. P. 261–266. <https://doi.org/10.1128/jb.79.2.261-266.1960>
9. *Mills D. E., Baugh W. D., Conner H. A.* Studies on the formation of acrolein in distillery mashers // *Journal of Applied Microbiology*. 1954. Vol. 2, № 1. P. 9–13. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.9-13.1954>
10. Цыганков П. С., Цыганков С. П. Руководство по ректификации спирта. М. : Пищпромиздат, 2001. 400 с.
11. *Климовский Д. А., Смирнов В. А., Стабников В. Н.* Технология спирта. М. : Пищевая промышленность, 1967. 346 с.
12. *Фараджеева Е. Д., Федоров В. А.* Общая технология бродильных производств: учебник для вузов. М. : Колос, 2002. 408 с.
13. Determination of the composition of volatiles in Cognac (Brandy) by headspace gas chromatography–mass spectrometry / *A. G. Panosyan* [et al.] // *Journal of Analytical Chemistry*. 2001. Vol. 56. P. 945–952. <https://doi.org/10.1023/A:1012365629636>
14. *Miller B. E., Danielson N. D.* Derivatization of vinyl aldehydes with anthrone prior to high-performance liquid chromatography with fluorometric detection // *Journal of Analytical Chemistry*. 1988. Vol. 60, № 7. P. 622–626. <https://doi.org/10.1021/ac00158a004>
15. Development of a method for determination of target toxic carbonyl compounds in must and wine using HS-SPME-GC/MS-SIM after preliminary GC×GC/TOFMS analyses / *D. C. Ferreira* [et al.] // *Food Analytical Methods*. 2019. Vol. 12. P. 108–120. <https://doi.org/10.1007/s12161-018-1343-6>
16. Validation of an analytical method using HS-SPME-GC/MS-SIM to assess the exposure risk to carbonyl compounds and furan derivatives through beer consumption / *K. C. Hernandez* [et al.] // *Food Additives & Contaminants: Part A: Chemistry, Analysis, Control, Exposure & Risk Assessment*. 2019. Vol. 36, № 12. P. 1808–1821. <https://doi.org/10.1080/19440049.2019.1672897>
17. *Шелехова Н. В.* Методы газовой хроматографии и капиллярного электрофореза для исследования химического состава выдержанных зерновых дистиллятов // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2024. Т. 24, № 4. С. 556–571. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12410>
18. *Шелехова Н. В.* Экспресс метод определения анионов в алкогольных напитках на основе сочетания КЭ-КД // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2023. Т. 23, № 2. С. 199–215. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/11144>
19. *Шелехова Н. В., Шелехова Т. М.* Исследование этанольного экстракта древесины дуба методами капиллярного электрофореза, газовой хроматографии, хромато-масс-спектрометрии // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2021. Т. 21, № 6. С. 868–878. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2021.21/3833>
20. *Байгазиева Г. И., Кекибаева А. К.* Технология ликероводочного производства: лабораторный практикум. Алматы : АТУ, 2015. 87 с.
21. *Илларионова Е. А., Сыроватский И. П.* Газовая хроматография. Теоретические основы метода: учебное пособие. Иркутск : ИГМУ, 2018. 52 с.

22. Вяхирев Д. А., Шушунова А. Ф. Руководство по газовой хроматографии. М. : Высшая школа, 1975. 302 с.
23. Логотов В. И. Детекторы для газовых хроматографов. Часть 1. Выбор детектора, подготовка к работе и оценка состояния хроматографа по основным характеристикам детектора: учебно-методическое пособие. Нижний Новгород : ННГУ, 2017. 52 с.
24. Барановская В. Б., Медведевских М. Ю., Карнов Ю. А. Актуальные проблемы качества химического анализа // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25, № 4. С. 273–279. <https://doi.org/10.15826/analitika.2021.25.4.005>
25. Современная метрология физико-химических измерений : монография / А. Н. Пронин [и др.]. М. : ООО Издательство ТРИУМФ, 2022. 561 с. <https://doi.org/10.32986/978-5-94472-103-7-25-07-2022>
26. Гапеева В. Д., Цыбенко В. А. Отсевание грубых погрешностей результатов измерений с помощью различных критериев в среде Excel // Молодой ученый. 2021. № 49 (391). С. 20–27.
27. Комплекс стандартных образцов для поверки и калибровки универсальных хроматографических приборов / И. Ю. Ткаченко [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 31–46. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>
28. Валидация аналитических методик: пер. с англ. яз. 2-го изд. под ред. Г. Р. Нежиховского. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях: пер. с англ. яз. 3-го изд. под ред. Р. Л. Кадиса: руководства для лабораторий. СПб. : ЦОП Профессия, 2016. 312 с.
29. Алгоритмы оценивания однородности стандартных образцов состава и свойств дисперсионных монокристаллических материалов / Е. П. Собина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 77–91. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-77-91>
30. Об оценке стабильности стандартных образцов / П. В. Мигаль [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 65–75. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>
31. Казакова Е. А., Бирусен Т. С. Разработка и применение стандартных образцов предприятия в практике аналитических лабораторий // Литье и металлургия. 2020. № 1. С. 34–37. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>

REFERENCE

1. Stevens J. F., Maier C. S. Acrolein: sources, metabolism, and biomolecular interactions relevant to human health and disease. *Molecular Nutrition & Food Research*. 2008;52(1):7–25. <https://doi.org/10.1002/mnfr.200700412>
2. Schieweck A., Uhde E., Salthammer T. Determination of acrolein in ambient air and in the atmosphere of environmental test chambers. *Environmental Science: Processes & Impacts*. 2021;23(11):1729–1746. <https://doi.org/10.1039/d1em00221j>
3. Turuk-Pchelina Z. F. On the issue of acrolein release into the air during food preparation. *Gigiena i sanitariya*. 1960;39(5):96–97. (In Russ.).
4. Abraham K., Andres S., Palavinskas R., Berg K., Appel K. E., Lampen A. Toxicology and risk assessment of acrolein in food. *Molecular Nutrition & Food Research*. 2011;55(9):1277–1290. <https://doi.org/10.1002/mnfr.201100481>
5. Jiang K., Huang C., Liu F., Zheng J., Ou J., Zhao D. et al. Origin and fate of acrolein in foods. *Foods*. 2022;11(13):1976. <https://doi.org/10.3390/foods11131976>
6. Peterle G. P., Hernandez K. C., Schmidt L., Maciel J. B. H., Zini C. A., Welke J. E. Exposure risk to carbonyl compounds and furfuryl alcohol through the consumption of sparkling wines. *Ciência Rural*. 2019;49:e20180986. <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20180986>
7. Serjak W. C., Day W. H., Van Lanen J. M., Boruff C. S. Acrolein production by bacteria found in distillery grain mashes. *Journal of Applied Microbiology*. 1954;2:14–20. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.14-20.1954>
8. Sobolov M., Smiley K. L. Metabolism of glycerol by an acrolein-forming lacto-bacillus. *Journal of Bacteriology*. 1960;79:261–266. <https://doi.org/10.1128/jb.79.2.261-266.1960>
9. Mills D. E., Baugh W. D., Conner H. A. Studies on the formation of acrolein in distillery mashes. *Journal of Applied Microbiology*. 1954;2:9–13. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.9-13.1954>
10. Tsygankov P. S., Tsygankov S. P. Guide to alcohol rectification. Moscow: Pishchpromizdat; 2001. 400 p. (In Russ.).
11. Klimovskii D. A., Smirnov V. A., Stabnikov V. N. Technology of alcohol. Moscow: Pishchevaia promyshlennost'; 1967. 346 p. (In Russ.).
12. Faradzheva E. D., Fedorov V. A. General technology of fermentation production: textbook for universities. Moscow: Kolos; 2002. 408 p. (In Russ.).
13. Panosyan A. G., Mamikonyan G. V., Torosyan M., Gabrielyan E. S., Mkhitarian S. A., Tirakyan M. R. et al. Determination of the composition of volatiles in Cognac (Brandy) by headspace gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Analytical Chemistry*. 2001;56:945–952. <https://doi.org/10.1023/A:1012365629636>
14. Miller B. E., Danielson N. D. Derivatization of vinyl aldehydes with anthrone prior to high-performance liquid chromatography with fluorometric detection. *Journal of Analytical Chemistry*. 1988;60:622–626. <https://doi.org/10.1021/ac00158a004>

15. Ferreira D. C., Hernandez K. C., Nicolli K. P., Souza-Silva É. A., Manfroí V., Zini C. A. et al. Development of a method for determination of target toxic carbonyl compounds in must and wine using HS-SPME-GC/MS-SIM after preliminary GC×GC/TOFMS analyses. *Food Analytical Methods*. 2019;12:108–120. <https://doi.org/10.1007/s12161-018-1343-6>
16. Hernandez K. C., Souza-Silva É. A., Assumpção C. F., Zini C. A., Welke J. E. Validation of an analytical method using HS-SPME-GC/MS-SIM to assess the exposure risk to carbonyl compounds and furan derivatives through beer consumption. *Food Additives & Contaminants: Part A: Chemistry, Analysis, Control, Exposure & Risk Assessment*. 2019;36:1808–1821. <https://doi.org/10.1080/19440049.2019.1672897>
17. Shelekhova N. V. Gas chromatography and capillary electrophoresis for studying the chemical composition of aged grain distillates. *Sorption and Chromatography Processes*. 2024;24(4):556–571. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12410>
18. Shelekhova N. V. Express method for the determination of anions in alcoholic beverages based on the CE-CD combination. *Sorption and Chromatography Processes*. 2023;23(2):199–215. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/11144>
19. Shelekhova N. V., Shelekhova T. M. Study of an ethanol extract of oak wood by capillary electrophoresis, gas chromatography, and chromatography-mass spectrometry. *Sorption and Chromatography Processes*. 2021;21(6):868–878. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2021.21/3833>
20. Baigazieva G. I., Kekibaeva A. K. Technology of liquor and vodka production: laboratory practical training. Almaty: ATU; 2015. 87 p. (In Russ.).
21. Illarionova E. A., Syrovatskii I. P. Gas chromatography. Theoretical foundations of the method: a tutorial. Irkutsk: IGMU, 2018. 52 p. (In Russ.).
22. Viakhirev D. A., Shushunova A. F. Handbook of Gas Chromatography. Moscow: Vysshiaia shkola; 1975. 302 p. (In Russ.).
23. Logutov V. I., Logutov V. I. Detektory dlia gazovykh khromatograf. Chast' 1. Vybor detektora, podgotovka k rabote i otsenka sostoiianiia khromatografa po osnovnym kharakteristikam detektora: uchebno-metodicheskoe posobie. Nizhnii Novgorod: NNGU; 2017. 52 p. (In Russ.).
24. Baranovskaya V. B., Medvedevskikh M. Yu., Karpov Yu. A. Current quality issues in chemical analysis. *Analytics and Control*. 2021;25(4):273–279. (In Russ.). <https://doi.org/10.15826/analitika.2021.25.4.005>
25. Pronin A. N., Okrepilov M. V., Giniak E. B., Konopelko L. A., Kadis R. L., Medvedevskikh S. V. et al. Modern metrology of physical and chemical measurements: monograph. Moscow: OOO Izdatel'stvo TRIUMF; 2022. 561 p. (In Russ.). <https://doi.org/10.32986/978-5-94472-103-7-25-07-2022>
26. Gapeeva V. D., Tsybenko V. A. Filtering out gross errors in measurement results using various criteria in the Excel environment. *Molodoi uchenyi*. 2021;49(391):20–27. (In Russ.).
27. Tkachenko I. Y., Mikheeva A. Y., Ushal I. E., Ivanova A. Y., Budko A. G., Kharitonov S. G. A set of reference materials for verification and calibration of universal chromatographic instruments. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):31–46. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>
28. Russ. ed.: Validation of analytical methods: ed. edited by G. R. Nezhikhovsky. Quantitative description of uncertainty in analytical measurements: ed. edited by R. L. Cadiz. St. Petersburg: TsOP Profession; 2016. 312 p. (In Russ.).
29. Sobina E. P., Aronov P. M., Migal P. V., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. Algorithms for homogeneity testing of reference materials of dispersed and solid materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):77–91. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-77-91>
30. Migal P. V., Sobina E. P., Aronov P. M., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. On the stability testing of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):65–75. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>
31. Kazakova E. A., Birisen T. S. Development and application of standard enterprise samples in the practice of analytical laboratories. *Litiyo i Metallurgiya (Foundry Production and Metallurgy)*. 2020;1:34–37. (In Russ.). <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Шелехова Наталия Викторовна – д-р техн. наук, заведующий лабораторией хроматографии ВНИИПБТ – филиала ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»

111033, г. Москва, ул. Самокатная, д. 4б
e-mail: 4953610101@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7735-2942>

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Natalya V. Shelekhova – Dr. Sci. (Eng.), Head of the Chromatography Laboratory, Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology – Affiliated Branch of the Federal Research Center of Nutrition, Biotechnology and Food Safety

4b Samokatnaia str., Moscow, 111033, Russia
e-mail: 4953610101@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7735-2942>