



Контроль качества и безопасности алкогольной продукции

Проблемы и решения

Сергей Черепица,
ведущий научный сотрудник НИИ ЯП БГУ, кандидат физико-математических наук, доцент

Светлана Сытова,
завлабораторией аналитических исследований НИИ ЯП БГУ, кандидат физико-математических наук, доцент

Антон Коваленко,
старший научный сотрудник НИИ ЯП БГУ

Даниил Юшкевич,
студент 5-го курса химического факультета БГУ

Михаил Заяц,
заведующий кафедрой аналитической химии химического факультета БГУ, доктор химических наук, доцент

Контроль качества и безопасности алкогольной и спиртосодержащей продукции во всем мире ведется на государственном уровне. Один из важнейших показателей, за которым осуществляется строгий надзор, – наличие в ней летучих соединений и метилового спирта, самого токсичного компонента. Анализ стандартов по определению их количественного содержания, действующих в таких странах, как Китайская Народная Республика [1], Республика Индия [2], государства Европейского союза [3], а также Международной межправительственной организации виноградар-

ства и виноделия (МОВВ) [4] показал, что их нормы гармонизированы с регламентом Еврокомиссии ЕС2870/2000 [3]. Данный документ был принят на основе результатов межлабораторных испытаний, выполненных в 1999 г. при финансовой поддержке Еврокомиссии [5], доказавших эффективность метода внутреннего стандарта и предписывает его неукоснительное соблюдение.

В Российской Федерации и Республике Беларусь в этой сфере действует более 14 государственных и межгосударственных стандартов, указанных в *табл. 1*, что соз-

дает определенные сложности как для производителей алкогольной и спиртосодержащей продукции, так и для контролирующих органов.

Важно отметить, что во всех государственных и межгосударственных регламентах по контролю качества и безопасности алкогольной продукции, в том числе в техническом регламенте Евразийского экономического союза ТР ТС 047/2018 «О безопасности алкогольной продукции» [6] и в регламенте Еврокомиссии №110/2008 [7], максимально допустимые значения летучих компонентов представлены в размерности мг на литр безводного спирта (Absolute Alcohol – АА) и в отдель-

ных случаях, для метилового спирта, – в объемных процентах в пересчете на безводный спирт. Если в стандартах ЕАЭС расчет выполняется методом внешнего стандарта (абсолютной градуировки), то в регламенте ЕС2870/2000 – внутреннего стандарта. Первый предъявляет высокие требования к стабильности работы газового хроматографа, а второй позволяет снизить требования к оборудованию, но предполагает ручную процедуру количественного внесения вещества внутреннего стандарта в испытуемый образец.

Для обеспечения единообразия, достижения высокой достоверности получа-

емых данных, устранения ручной процедуры количественного внесения вещества в испытуемый образец в качестве внутреннего стандарта предложено использовать этиловый спирт, всегда присутствующий во всех видах алкогольной и спиртосодержащей продукции [8]. Научная новизна этой разработки и ее эффективность подтверждены евразийским патентом №036994 [9], а также результатами теоретических и экспериментальных исследований, полученных путем многочисленных лабораторных испытаний на широком спектре алкогольной и спиртосодержащей продукции.

Летучий компонент	Диапазон массовой концентрации, мг/л														Диапазон массовой концентрации, мг/л безводного спирта	
	ГОСТ 31684–2012	ГОСТ 30536–97	ГОСТ 30536–2013	ГОСТ 32039–2013	СТБ ГОСТ Р 51698–2001	ГОСТ 33834–2016	ГОСТ Р 57893–2017	ГОСТ Р 51999–2002	ГОСТ Р 55878–2013	ГОСТ 33408–2015	ГОСТ Р 52363–2005	ГОСТ 34675–2020	ГОСТ 33833–2016	ГОСТ 31811–2012	Регламент (ЕС) № 110/2008	ТР ЕАЭС 047/2018
Ацетальдегид	0,5–600	0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–60	0,7–18	0,8–1000	5–500	7,8–780	10–400			50–2250	4–800
Метилацетат		0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000				0,8–1000	0,4–40					13–2250	10–2700
Этилацетат	0,5–800	0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–60	0,7–18	0,8–1000	12–1200	27–2700	30–1200			13–2250	10–2700
Пропан–2–ол	0,5–5000		0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–60	0,7–18	0,8–1000	8–800	7,9–790				50–2250	4–6000
Пропан–1–ол	0,5–5000	0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–60	0,7–18	0,8–1000	2–100	8–800	40–1600			50–2250	4–6000
Изобутанол	0,5–5000	0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–60	0,7–18	0,8–1000	4–400	8–800	30–1200			50–2250	4–6000
Бутан–1–ол	0,5–5000	0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–60	0,7–18	0,8–1000	8–800	8,1–810				50–2250	4–6000
Изоамилол	0,5–5000	0,5–1000	0,5–10	0,5–12	0,5–1000	0,5–2000	0,5–500	–	0,8–1000	4–400	8,1–810	60–2400			50–2250	4–6000
Метанол						0,5–2000	0,5–60	3,5–90				30–2400			50–15000	60–3500
Кротоновый альдегид				0,5–12												
Диапазон объемной доли, %																
Метанол	0,0001–0,2	0,0001–0,1	0,0001–0,05	0,0001–0,05	0,001–0,1				0,001–0,1	0,0001–0,2	0,006–0,6	0,0025–0,1	0,003–0,12			0,02–0,13
Кротоновый альдегид																0,1–0,4

Таблица 1. Диапазоны измерений массовых концентраций и объемных долей избранных летучих компонентов

Работы проводились в соответствии с рекомендациями Международного союза теоретической и прикладной химии (IUPAC) [10] и руководством Ассоциации официальных химиков-аналитиков (АОАС) [11]. Данные межлабораторных испытаний с участием 9 лабораторий из Беларуси, России, Чехии и Турции [12] подтвердили прогнозные показатели [13, 14] о том, что основные метрологические характеристики предложенного метода, его воспроизводимость и правильность превосходят аналогичные характеристики регламента Еврокмиссии ЕС 2870/2000.

Важно отметить, что предложенный метод позволяет получать измеренные величины количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции непосредственно в требуемой размерности мг на литр безводного этанола. Дополнительных измерений плотности исследуемого образца и определения объемного содержания этилового спирта (крепости) не требуется. Как следствие, можно представлять на испытание образцы объемом менее 2 мл. Отсутствие необходимости в выполнении измерений крепости образца снимает ограничения на его минимальный

объем в 200 мл, что, в свою очередь, открывает реальную возможность изготавливать стандартные образцы летучих компонентов, которые можно использовать для мониторинга правильности измерений при контроле качества и безопасности алкогольной продукции [15].

На основании проведенных межлабораторных экспериментов в 41 лаборатории Евросоюза он принят в качестве официального внутреннего стандарта IIADe 453:2021 | CLEN Method [16] для таможенных лабораторий Евросоюза.

В результате выполненных экспериментальных исследований предложенного метода




























Результат для	 40%	 40%	 43%	 40%	 40%	 40%	 40%	 47%	 45%
Метод ЕС2870/2000, мг/л АА	48.1 / 145 / 1043 / 22.2	162 / 589 / 6693 / 132	150 / 645 / 5546 / 88.4	44.0 / 84.7 / 4662 / 110	143 / 396 / 4801 / 297	191 / 289 / 2113 / 414	182 / 583 / 3690 / 910	1.70 / 0 / 1.54 / 4.16	210 / 907 / 6255 / 10546
Предложенный метод, мг/л АА	48.4 / 146 / 1051 / 22.3	160 / 584 / 6635 / 130	151 / 649 / 5580 / 88.9	44.4 / 85.4 / 4703 / 111	142 / 396 / 4794 / 297	190 / 288 / 2100 / 412	182 / 585 / 3702 / 913	1.72 / 0 / 1.55 / 4.19	211 / 912 / 6288 / 10603
Δ, %	0.7 / 0.7 / 0.7 / 0.7	-0.9 / -0.9 / -0.9 / -0.9	0.6 / 0.6 / 0.6 / 0.6	0.9 / 0.9 / 0.9 / 0.9	-0.2 / -0.2 / -0.2 / -0.2	-0.6 / -0.6 / -0.6 / -0.6	0.3 / 0.3 / 0.3 / 0.3	0.8 / - / 0.9 / 0.9	0.5 / 0.5 / 0.5 / 0.5
Результат для	 38%	 14.5%	 38%	 15%	 18%	 8.5%	 70%	 27.5%	 40%
Метод ЕС2870/2000, мг/л АА	356 / 266 / 2297 / 755	37.6 / 47.0 / 1367 / 18.2	34.8 / 126 / 2895 / 1456	30.5 / 0 / 5.94 / 17.5	47.4 / 74.4 / 10.3 / 168	22.7 / 55.9 / 871 / 25.3	4.83 / 25.2 / 0 / 6.05	61.9 / 84.0 / 728 / 77.3	0.504 / 0 / 0 / 21.8
Предложенный метод, мг/л АА	359 / 268 / 2316 / 761	37.2 / 46.5 / 1352 / 18.1	34.9 / 127 / 2904 / 1460	30.6 / 0 / 5.98 / 17.6	47.8 / 75.1 / 10.4 / 169	22.5 / 55.6 / 866 / 25.1	4.81 / 25.1 / 0 / 6.03	61.1 / 83.0 / 719 / 76.3	0.50 / 0 / 0 / 21.7
Δ, %	0.9 / 0.8 / 0.9 / 0.9	-1.1 / -1.1 / -1.1 / -1.1	0.4 / 0.3 / 0.3 / 0.3	0.6 / - / 0.6 / 0.6	0.9 / 0.9 / 0.9 / 0.9	-0.6 / -0.5 / -0.6 / -0.6	-0.4 / -0.4 / - / 0.4	-1.3 / -1.2 / -1.2 / -1.2	-0.7 / - / - / -0.7
Результат для	 38%	 17%	 35%	 25%	 16%	 16.5%	 35%	 40%	 56%
	Ликеры								
	Самбука	Яичный	Хербал	Лимон	Черри	Рaspberry	Слой джин	Раки	Байцзо
Метод ЕС2870/2000, мг/л АА	4.20 / 0 / 2.44 / 2.32	6.89 / 0 / 125 / 9.75	38.1 / 13.5 / 9.39 / 19.5	25.1 / 0 / 0 / 29.1	18.4 / 266 / 0 / 9.77	36.6 / 31.8 / 0 / 127	1.12 / 0 / 0 / 20.5	92.2 / 1334 / 6165 / 11862	63.9 / 1072 / 2114 / 115
Предложенный метод, мг/л АА	4.24 / 0 / 2.46 / 2.34	6.94 / 0 / 125 / 9.81	38.2 / 13.5 / 9.43 / 19.6	25.3 / 0 / 0 / 29.4	18.5 / 267 / 0 / 9.82	36.2 / 31.5 / 0 / 126	1.13 / 0 / 0 / 20.7	91.6 / 1325 / 6217 / 11791	64.3 / 1079 / 2128 / 116
Δ, %	0.8 / - / 0.8 / 0.8	0.8 / - / 0.7 / 0.7	0.4 / 0.4 / 0.4 / 0.4	0.8 / - / - / 0.8	0.5 / 0.6 / - / 0.5	-1.0 / -1.1 / - / 1.1	0.6 / - / - / 0.6	0.6 / 0.7 / 0.6 / 0.6	0.6 / 0.6 / 0.6 / 0.6

Таблица 2. Определение ацетальдегидов, эфиров, метанола и высших спиртов (выделены зеленым, синим, красным и розовым цветом соответственно) в 27 алкогольных напитках. Относительная разница между полученными значениями концентраций (Δ, %), измеренными в соответствии с регламентом ЕС 2870/2000 по официальному методу внутреннего стандарта и в соответствии с предлагаемым модифицированным способом, не превышает 1,5%.

количественного определения летучих компонентов: ацетальдегида, метанола, метилацетата, этилацетата, 2-пропанола, 1-пропанола, изобутанола, 1-бутанола и изоамилола в 27 наиболее распространенных алкогольных продуктах с объемным содержанием этанола в диапазоне от 8,5 до 96,0% оценены его основные метрологические характеристики [17, 18] (табл. 2). Это повторяемость, промежуточная прецизионность и расширенная неопределенность, которые имеют лучшие значения по сравнению с идентичными показателями официальных подходов по установлению летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции.

Эффективность метода была продемонстрирована на 36 образцах в рамках 44-го Всемирного конгресса винограда и вина Международной межправительственной организации виноградарства и виноделия в июне 2023 г. (Испания) [19]. Новый подход получил высокую оценку экспертного сообщества МОБВ, что позволило закрепить приоритет белорусской разработки. 27 сентября 2023 г. на 66-й сессии подкомиссии «Методы анализа» МОБВ предложенный проект «Method for determination of volatile compounds in spirituous beverages of vitivincultural origin using contained ethanol as a reference substance» был принят в план по разработке международного стандарта в рамках единой 8-этапной процедуры, предусмотренной Уставом МОБВ.

Высокая достоверность полученных данных в совокупности с сокращением финансовых, временных и трудовых затрат

по сравнению с действующими государственными, межгосударственными и международными нормами в разных странах стали главными факторами для продвижения разработки на международные рынки. В частности, подготовлены проекты повышения эффективности национальных стандартов Китайской Народной Республики GB/T 11858 [20], государственного стандарта Респуб-

лики Индия IS 3752: 2005 [21], Регламента Еврокомиссии EC2870/2000 [22], Мексиканских Соединенных Штатов [23].

Наличие неоспоримых преимуществ предложенного подхода и высокая достоверность информации при этом свидетельствуют о хороших перспективах его внедрения и применения в производственных и испытательных лабораториях по всему миру. ■

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. GB/T 11858. Vodka Beijing: National Standards of People's Republic of China, 2008.
2. IS 3752: 2005 (R2009) Alcoholic drinks – Methods of test. Bureau of Indian Standards (BIS), 2005.
3. Commission Regulation (EC) No 2870/2000 of 19 December 2000 laying down Community reference methods for the analysis of spirits drinks, Brussels, Belgium – 2023 // <http://data.europa.eu/eli/reg/2000/2870/oj>.
4. OIV–MA–BS–14. Determination of the principal volatile substances of spirit drinks of viti–vicultural origin, International Organisation of Vine and Wine – 2023 // <https://www.oiv.int/public/medias/2674/oiv-ma-bs-14.pdf>.
5. Gas chromatographic determination of volatile congeners in spirit drinks: interlaboratory study / J. Kelly [et al.] // J AOAC Int. 1999. Vol. 82. P. 1375–1388.
6. Технический регламент Евразийского экономического союза «О безопасности алкогольной продукции»: ТР ЕАЭС 047/2018. – Введ. 01.01.2019. – М., 2018.
7. Regulation (EC) No 110/2008 of the European Parliament and of the Council of 15 January on the definition, description, presentation, labeling and the protection of geographical indications of spirit drinks and repealing Council Regulation (EEC) No 1576/89, Brussels, Belgium – 2023 // <https://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:039:0016:0054:en:PDF>.
8. Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks by Gas Chromatography / S. V. Charapitsa [et al.] // Journal of Agricultural and Food Chemistry. 2013. Vol. 61. No.12. P. 2950–2956. DOI: 10.1021/jf3044956.
9. Способ определения газохроматографическим методом концентрации летучих примесей в этанолсодержащей жидкости: пат. ЕАЭС №036994 / С.В. Черепица, С.Н. Сытова, В.В. Егоров, С.С. Ветохин, Н.И. Заяц, А.Л. Корбан, Л.Н. Соболенко.
10. Thompson M. Harmonized guidelines for single–laboratory validation of methods of analysis / M. Thompson, S. Ellison, R. Wood // Pure Appl Chem. 2002. Vol. 74. P. 835–855. DOI: 10.1351/pac200274050835.
11. AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals, Arlington: Association of Official Analytical Chemists, 2002.
12. Interlaboratory study of ethanol usage as an internal standard in direct determination of volatile compounds in alcoholic products / S. Charapitsa [et al.] // BIO Web Conf. 2019. V. 15. P. 8. DOI: 10.1051/bioconf/20191502030.
13. The establishment of metrological characteristics of the method «Ethanol as Internal Standard» for the direct determination of volatile compounds in alcohol products / S. V. Charapitsa [et al.] // Journal of Chemical Metrology. 2018. Vol. 12. №1. P. 59–69. DOI: 10.25135/jcm.14.18.02.063.
14. Single–Laboratory Validation of Determination of a Gas Chromatographic Method of Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks: Need for an Improved Interlaboratory Study / S. V. Charapitsa [et al.] // Journal of AOAC International. 2019. Vol. 102. No.2. P. 669–672. DOI: 10.5740/jaoacint.18–0258.
15. Development of a quality control material for the analysis of volatile compounds in alcoholic beverages / S. V. Charapitsa [et al.] // Journal of Chemical Metrology. 2021. Vol. 15. No.2. P. 113–123. DOI: 10.25135/jcm.66.2111.2259.
16. ILIADe 453:2021 | CLEN Method. Determination of Isopropyl Alcohol and Methyl Ethyl Ketone in Alcoholic Products by GC–FID–2021 // https://taxation-customs.ec.europa.eu/system/files/2022-02/ILIADe453_IPA%26MEK_v2Feb2021.pdf.
17. The Method for Direct Gas Chromatographic Determination of Acetaldehyde, Methanol, and Other Volatiles Using Ethanol as a Reference Substance: Application for a Wide range of Alcohol Beverages / S. Charapitsa [et al.] // Food Analytical Methods. 2021. Vol. 14. P. 2088–2100. DOI: 10.1007/s12161–021–02047–8.
18. Proposals for the improving of the existing GC-FID methods for determination of methanol and volatile compounds in alcoholic beverages / L. Sabalenka [et al.] // Journal of Food Measurement and Characterization. 2023. Vol. 17. P. 3207–3217 // <https://doi.org/10.1007/s11694–023–01868-x>.
19. Новости 44-го Всемирного конгресса виноградарства и вина 2023 г. в Кадисе-Хересе, Испания. 2023 // <https://elab.inpnet.net/article/786>.
20. Chinese official methods. 2023 // <https://elab.inpnet.net/article/356>.
21. Indian official methods. 2023 // <https://elab.inpnet.net/article/359>.
22. European official methods. 2023 // <https://elab.inpnet.net/article/355>.
23. Mexican official methods. 2023 // <https://elab.inpnet.net/article/358>.