

Сергей ЧЕРЕПИЦА, Юрий ЗАДРЕЙКО,  
Никита КУЛЕВИЧ, Светлана СЫТОВА

## РАЗРАБОТКА СТАНДАРТА ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

- С какими проблемами сталкиваются испытательные лаборатории при контроле качества алкогольной продукции?
- Почему испытательные лаборатории не имеют возможности измерять объемное содержание этанола в стандартных образцах?
- Существуют ли новые методические подходы к определению содержания летучих компонентов в алкогольной продукции?

Требования к безопасности алкогольной продукции на территории стран Таможенного союза (ТС) установлены в ТР ТС «О безопасности алкогольной продукции»<sup>1</sup>. В соответствии со ст. 5 «Требования безопасности алкогольной продукции» и Приложениями 1—3 к данному регламенту все величины допустимых концентраций летучих токсичных компонентов в алкогольной продукции должны быть представлены в размерности миллиграмм на литр безводного спирта, мг/л (Absolute Alcohol — AA).

В настоящее время существуют две нерешенные проблемы определения состава летучих компонентов в целях обеспечения надлежащего контроля качества алкогольной продукции.

Первая заключается в невозможности измерить объемное содержание этанола в государственных стандартных образцах (ГСО), которые предлагается использовать в качестве контрольных, имеющимся, согласно ГОСТ 3639—79<sup>2</sup>, в испытательных лабораториях (ИЛ) спиртометрическим оборудованием.

Во всех без исключения нормативных документах, в том числе в американских<sup>3</sup> и европейских<sup>4</sup>, директивах

Международной организации винограда и вина (OIV)<sup>5</sup>, ГОСТ Р 51698—2000<sup>6</sup>, в алкогольной продукции нормируется предельное содержание девяти токсичных компонентов в мг/л (AA): ацетальдегида, метилацетата, этилацетата, метанола, 2-пропанола, 1-пропанола, изобутанола, н-бутанола и изоамилола.

В соответствии с п. 4.1 ГОСТ 8.315—977 стандартный образец (СО) предназначен для проведения государственного метрологического контроля при метрологическом подтверждении пригодности методик выполнения измерений содержания. В результате испытаний СО по установленному в ГОСТ Р 51698—2000 методу абсолютной градуировки получают величину объемной концентрации исследуемых примесей в размерности мг/л раствора образца. Для последующего расчета концентраций исследуемых примесей в размерности в мг/л (AA) необходимо измерить объемное содержание этанола в СО, однако выполнить такое измерение невозможно, так как объем поставляемых ГСО 8405 и ГСО 8404 составляет 15 мл, а для проведения анализа требуется не менее 250 мл. В связи с этим статус «Государственный стандартный образец состава токсичных микропримесей в вод-но-спиртовой смеси (комплект РВ)» в описании типа ГСО является неверным. В настоя-

<sup>1</sup> <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/techreg/deptexreg/tr/Pages/bezo-pAlcohol.aspx>.

<sup>2</sup> ГОСТ 3639—79 «Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта».

<sup>3</sup> AOAC (Association of Official Analytical Chemists) Official Methods 972.10. Alcohol (higher) and ethyl acetate in distilled liquors. Alternative gas chromatographic method, 1975; AOAC Official Methods 972.11. Methanol in distilled liquors. Gas chromatographic method, 1973.

<sup>4</sup> Commission Regulation (EC) № 2870/2000 of 19 December 2000 laying down Community reference methods for the analysis of spirits drinks, 2000.

<sup>5</sup> OIV (International Organisation of Vine and Wine). Compendium of international methods of wine and must analysis, 2009; Vols. 1 and 2.

<sup>6</sup> ГОСТ Р 51698—2000 «Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей».

<sup>7</sup> ГОСТ 8.315—97 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения».

⇒ **Ключевые слова:** качество алкогольной и спиртосодержащей продукции, испытательная лаборатория, анализ, контрольные испытания, стандартные образцы, этанол, стандарт.

щее время в странах ТС зарегистрированы межгосударственные стандартные образцы (МСО), изготавливаемые по аналогии с ГСО. Но анализ описания типа данных СО показывает невозможность их использования в качестве контрольных образцов при определении токсичных летучих компонентов в ходе испытаний спиртосодержащей продукции и несоответствие статусу МСО.

В итоге ИЛ не выполняют контрольные испытания правильности измерений согласно ГОСТ Р 51698—2000, и протоколов по ним нет<sup>8</sup>.

Эта проблема характерна не только для стран ТС. Например, в Регламенте Европейской комиссии № 2870/2000 от 19.12.2000, устанавливающем эталонные методы для анализа спиртных напитков, приведены результаты межлабораторных сличительных испытаний пяти образцов алкогольных напитков в мкг/г, а не в мг/л (АА), как того требуют нормативные документы, регламентирующие определение летучих компонентов в алкогольных напитках. Сравнивать величины, имеющие различные размерности, нельзя. Наиболее вероятная причина невозможности представить в указанном регламенте данные в мг/л (АА) — недостаточный объем пробы исследуемого образца.

Вторая нерешенная проблема заключается в невозможности измерить объемное содержание этанола (крепость) в образцах бренди, виски, кальвадоса и коньяка с требуемой точностью не менее 0,1% при величине концентраций летучих компонентов, например изоамилола, более 0,3%. Концентрация изоамилола в спиртах-сырцах часто выше 10%. Прямой расчет объемного содержания этилового спирта по ГОСТ 3639—79 для таких спиртосодержащих продуктов дает величину крепости, которая может существенно отличаться от истинной. Использование некорректно рассчитанного объемного содержания этилового спирта приводит к неверным результатам определения величин концентраций летучих органических соединений в спиртосодержащей продукции, выраженных в мг/л (АА).

Устранить принципиальные ограничения в существующих методах анализа простым редактированием текстов действующих и разрабатываемых межгосударственных стандартов на определение содержания летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции не представляется возможным.

Для решения рассмотренных проблем был предложен новый методический подход при определении содержания летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции, заключающийся в использовании этанола в качестве внутреннего стандарта [1—6].

Применение данного методического подхода, во-первых, устраняет необходимость выполнения до-

<sup>8</sup> В окончательной редакции проекта межгосударственного стандарта, разработанного на основе ГОСТ Р 51698—2000, контроль правильности получаемых результатов не предусмотрен.

## СУЩЕСТВУЮТ ДВЕ НЕРЕШЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ В ЦЕЛЯХ ОБЕСПЕЧЕНИЯ НАДЛЕЖАЩЕГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

вольно сложной и дорогостоящей (из-за использования оборудования высокой точности) процедуры количественного введения вещества внутреннего стандарта в испытуемый образец, а во-вторых, дает возможность определять концентрацию исследуемых летучих компонентов непосредственно в требуемой размерности мг/л (АА) без определения объемного содержания этанола в образце, что позволяет снять ограничения на минимальный объем исследуемого образца.

В настоящее время в странах ТС действуют более десяти стандартов на контроль качества и безопасности алкогольной и спиртосодержащей продукции в части определения в них количественного состава летучих компонентов. Метод использования этанола в качестве внутреннего стандарта позволит выполнять измерения концентраций летучих компонентов во всем заявляемом в нормативных документах диапазоне их величин на основе одного стандарта «Продукция спиртосодержащая. Определение содержания альдегидов, эфиров и высших спиртов методом газовой хроматографии». Предложение по разработке проекта стандарта было представлено в виде устных докладов на профильных международных научно-практических конференциях и получило поддержку специалистов. Эту работу можно провести в рамках сотрудничества заинтересованных организаций стран ТС.

В целях установления метрологических параметров предложенного метода была спланирована и выполнена серия экспериментальных исследований. Точность оценивалась показателями прецизионности (стандартным отклонением повторяемости и стандартным отклонением промежуточной прецизионности) и показателями правильности (лабораторным смещением). Планирование эксперимента и обработка результатов по оценке промежуточной прецизионности были выполнены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002<sup>9</sup>, правильность (лабораторное смеще-

<sup>9</sup> ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

ние) оценивалась по ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002<sup>10</sup>. В 2013 г. завершена аттестация методики измерений по определению состава летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации и выдано свидетельство № 253.0169/01.00258/2013.

Авторы выражают признательность члену Коллегии (Министру) по вопросам технического регулирования Евразийской экономической комиссии В.Н. Корешкову за инициирование исследований в данной области.

<sup>10</sup> ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений».

НЕОБХОДИМО РАЗРАБОТАТЬ НОВЫЙ  
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
НА КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ  
АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ И ВЫПУСК  
СООТВЕТСТВУЮЩИХ МСО СОСТАВА  
ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ  
В СПИРТСОДЕРЖАЩЕЙ ПРОДУКЦИИ.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Черепица С.В., Коваленко А.Н., Кулевич Н.В. и др. Прямое определение количественного содержания летучих органических примесей в спиртосодержащих отходах спиртового и ликероводочного производства // Производство спирта и ликероводочных изделий. — 2012. — № 3. — С. 20—23.
2. Черепица С.В., Коваленко А.Н., Кулевич Н.В. и др. Количественное определение содержания микропримесей в алкогольной продукции с использованием этанола в качестве внутреннего стандарта // Пищевая промышленность: наука и технологии. — 2012 — № 2 (16). — С. 86—94.
3. Черепица С.В., Короткова Т.Г., Котов Ю.Н. и др. Разработка метода корректного определения компонентного состава спиртосодержащей продукции // Известия вузов. Пищевая технология. — 2013. — № 4. — С.104—107.
4. Charapitsa S.V., Kavalenka A.N., Kulevich N.V. et al. Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks by Gas Chromatography // Journal of Agricultural and Food Chemistry. — 2013. — Vol. 61 (12). — P. 2950—2956.
5. Черепица С.В., Заяц Н.И., Коваленко А.Н. и др. Прямое определение количественного состава примесей в алкогольной и спиртосодержащей продукции. Полное описание метода // Деп. в ГУ «БелиСА» 31.01.2013, № Д20133. — Минск. — 230 с.
6. Черепица С.В., Котов Ю.Н., Макоед Н.М., Сытова С.Н. Использование этанола в качестве внутреннего стандарта при анализе алкогольной продукции // Методы оценки соответствия. — 2013. — № 2. — С. 24—29.

**Сергей Вячеславович ЧЕРЕПИЦА** — кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией аналитических исследований Института ядерных проблем Белорусского государственного университета (НИИ ЯП БГУ);

**Юрий Вадимович ЗАДРЕЙКО** — заместитель начальника управления метрологии Государственного комитета по стандартизации (Госстандарт) Республики Беларусь;

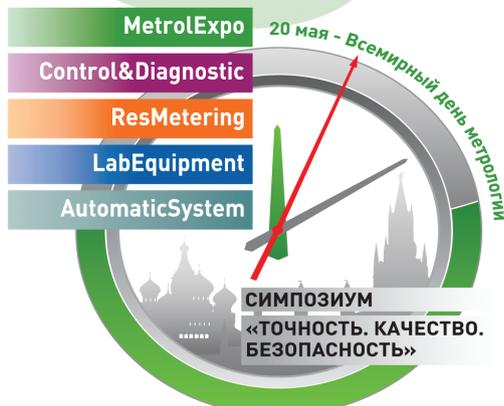
**Никита Валерьевич КУЛЕВИЧ** — младший научный сотрудник НИИ ЯП БГУ;

**Светлана Николаевна СЫТОВА** — кандидат физико-математических наук, ученый секретарь НИИ ЯП БГУ

10-й ЮБИЛЕЙНЫЙ МОСКОВСКИЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ ФОРУМ  
ТОЧНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ –  
ОСНОВА КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ

20–22 мая '2014  
Москва  
ВВЦ №57

СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ  
ВЫСТАВКИ



ДИРЕКЦИЯ ФОРУМА

129223, Москва, а/я 35, ул. Сельскохозяйственная д. 35, стр. 182  
Тел./Факс: +7 (495) 937-40-23 (многоканальный)

www.metrol.expoprom.ru E-mail: metrol@expoprom.ru

ОРГАНИЗАТОР

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

СОДЕЙСТВИЕ

Аппарат Правительства Российской Федерации

МЕЖДУНАРОДНЫЕ ПАРТНЕРЫ

The International Bureau of Weight and Measures (BIPM)

International Organization of Legal Metrology (OIML)

The International Committee for Non-Destructive Testing (ICNDT)

С УЧАСТИЕМ

Минпромторг России, Минэнерго России, Российская академия наук, МВД России, Роскосмос, Ростехнадзор, Росздравнадзор, Фонд «Сколково», ГК «Росатом», ГК «Ростехнологии», ОАО «РОСНАНО», ОАО «РЖД», Торгово-промышленная палата РФ, Союз машиностроителей России, более 350 компаний из 11 стран мира

ЭКСПЕРТНАЯ КОМИССИЯ

ФБУ «Ростест-Москва»

УСТРОИТЕЛЬ И ВЫСТАВОЧНЫЙ ОПЕРАТОР

Компания «Вэстстрой Экспо»

ПРОГРАММА ФОРУМА

10-я Международная выставка средств измерений, испытательного оборудования и метрологического обеспечения «METROLEXPO-2014»

3-я Специализированная выставка средств неразрушающего контроля, технической диагностики, КИП и А «CONTROL&DIAGNOSTIC-2014»

3-я специализированная выставка коммерческого и технологического учета энергоресурсов «RESMETERING-2014»

2-я Специализированная выставка лабораторного оборудования «LABEQUIPMENT-2014»

2-я Специализированная выставка автоматизированных систем управления технологическими процессами «AUTOMATICSYSTEM-2014»

Московский Международный симпозиум

«ТОЧНОСТЬ. КАЧЕСТВО. БЕЗОПАСНОСТЬ», в рамках которого состоится Всероссийское совещание метрологов по вопросам нормативно-правового регулирования

Всероссийская выставочно-конкурсная программа «ЗА ЕДИНСТВО ИЗМЕРЕНИЙ»

Стратегический партнер  
форума



Генеральный партнер  
симпозиума



Генеральный партнер  
выставок



Генеральные  
информационные  
партнеры

