

УДК 54.062 + 543.544 (33+7.087.9) + 543.613.3

Читайте и узнаете:

- как контролируется качество и безопасность алкогольной и спиртосодержащей продукции;
- какие методы применяются для определения массовых концентраций летучих компонентов в алкогольных и спиртосодержащих продуктах;
- какой метод внутреннего стандарта применяется для контроля качества и безопасности алкогольной продукции

Ключевые слова:

алкогольная продукция, этанол, метанол, внутренний стандарт, газовая хроматография с пламенно-ионизационным детектором

Совершенствование контроля качества и безопасности алкогольной и спиртосодержащей продукции

С.В. Черепица, *вед. науч. сотрудник лаборатории аналитических исследований НИУ «Институт ядерных проблем» Белорусского государственного университета, канд. физ.-мат. наук*

С.Н. Сытова, *зав. лабораторией аналитических исследований НИУ ИЯП БГУ, канд. физ.-мат. наук*

Л.Н. Соболенко, *аспирант кафедры аналитической химии хим. факультета БГУ, мл. науч. сотрудник лаборатории аналитических исследований НИУ ИЯП БГУ*

А.Ю. Колеснов, *руководитель лаборатории фундаментальных и прикладных исследований качества и технологий пищевых продуктов Центра коллективного пользования (научно-образовательного центра) Российского университета дружбы народов, д-р техн. наук, канд. биол. наук*

С.Р. Цимбалаев, *вед. науч. сотрудник лаборатории фундаментальных и прикладных исследований качества и технологий пищевых продуктов ЦКП (НОЦ) РУДН, канд. техн. наук*

В государствах Евразийского экономического союза (ЕАЭС) качество алкогольной продукции регулируется различными документами, в т. ч. стандартами, предназначенными для определения массовых концентраций летучих компонентов в пищевой (алкогольной) и спиртосодержащей продукции. Согласно требованиям нормативно-правовых актов¹ массовая концентрация определяемых лету-

чих компонентов должна быть выражена в размерности мг/л безводного спирта (AA — *Absolute Alcohol*).

В действующих стандартах на алкогольную и спиртосодержащую продукцию установлено: массовая концентрация летучих компонентов определяется преимущественно газохроматографическим (ГХ) методом², реже — титриметрическим и фотометрическим методами. Они позволяют выявить

в продукции летучие компоненты, в т. ч.: ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, пропан-1-ол, 2-метилпропан-1-ол, 1-бутан-1-ол и 3-метилбутан-1-ол.

Во многих государствах, таких как США, Китай, Индия, странах Европейского союза³, для обеспечения контроля качества и безопасности алкогольной продукции установлен один метод определения количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции. Он принят в качестве международного на основе проведенных под эгидой Еврокомиссии межлабораторных испытаний [1]. При этом для анализа сложных газов используются газовые хроматографы с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД), оснащенные капиллярной колонкой с полярной фазой. Количественный расчет выполняется с применением метода внутреннего стандарта, при котором используются специальные вещества, не об-

¹ См. ГОСТинг (№№ 1 – 11).

² См. ГОСТинг (№№ 1 – 7).

³ См. ГОСТинг (№№ 8 – 11).

разующиеся в процессе естественного ферментативного брожения.

Анализ алкогольной продукции — это консервативная область исследований, поскольку его результаты тесно сопряжены не только с экономическими рисками производителя, но и напрямую со здоровьем населения. В этой связи метод анализа алкогольной продукции должен обладать высокой точностью, воспроизводимостью, быть экспрессным ввиду высокой загруженности предприятий-производителей, простым в применении. В работах [2–7] в качестве «внутреннего стандарта» предложен инновационный метод, который удовлетворяет вышеперечисленным требованиям и основан на использовании этанола, содержащегося в алкогольных напитках.

Нами были исследованы образцы алкогольных напитков — водки, джина, виски, бренди, бурбона, граппы, ракии, текилы, рома, кальвадоса и саке приобретенные в продуктовых магазинах г. Минска, спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья 96 % об. — в ОАО «Дятловский ликеро-водочный завод «Алгонь» (Республика Беларусь). Объемная доля этанола \bar{C}^{Eth} в исследованных образцах с соответствующим им пределом погрешности ΔC^{Eth} устанавливались в соответствии ГОСТ 3639–79⁴.

В работе использовались следующие методы: внешнего стандарта⁵, традиционного внутреннего стандарта⁶, разработанного внутреннего стандарта [2–7].

Методика приготовления калибровочных растворов, а также условия проведения ГХ–ПИД измерений соответствовали указанным в исследовании [6]. Измерения параметров всех растворов производились трижды в условиях повторяемости. Расчет массовых концентраций выполнялся для метода внешнего стандарта в соответствии с алгоритмами расчетов стандартов⁷, традиционного внутреннего стандарта — согласно п. 9.2 *Commission Regulation (EC) No 2870/2000*⁸, разработанного метода внутреннего стандарта — по формуле (1) [6].

Результаты расчетов массовых концентраций летучих компонентов в исследованных образцах представлены в табл. 1.

Однофакторный дисперсионный анализ (ANOVA), выполненный с использованием программного обеспечения *Microsoft Excel 2016*, показал, что разница между результатами, полученными по разработанному методу и по двум официальным методам анализа алкогольной и спиртосодержащей продукции, статистически незначима при уровне значимости $\alpha = 0,05$.

В результате экспериментального сравнительного анализа методов определения массовой концентрации летучих компонентов в алкогольной и спиртосодержащей продукции сделаны выводы:

1. Относительная разность между результатами, полученными по методу внутреннего стандарта и разработанному методу, не превышает 1,5 %. Относительная разность между результатами, полу-

ченными по методу внешнего стандарта и разработанному методу, не превышает 2,7 %.

2. Разработанный метод позволяет получать результаты в размерности (мг/л безводного спирта), соответствующей требованиям законодательных документов, без проведения процедуры определения объемного содержания этилового спирта в испытуемом образце.

3. Разработанный метод может быть валидирован на основе экспериментальных данных, полученных при испытаниях алкогольной продукции в соответствии с действующими нормативно-правовыми актами, без использования каких-либо дополнительных материальных, финансовых и трудовых затрат, дополнительных измерений.

Для апробации разработанного метода достаточно данных, полученных в ходе выполнения рутинного анализа алкогольной продукции по любому из официальных методов анализа с использованием газового хроматографа с пламенно-ионизационным детектором.

В основе расчетов, выполняемых в ходе анализа в рамках разработанного метода, — формула для расчета массовой концентрации летучего компонента в испытуемом образце [2–7]:

$$C_i^{Sample} = RRF_i^{Eth} \cdot \rho_{Eth} \cdot \frac{A_i^{Sample}}{A_{Eth}^{Sample}}, \quad (1)$$

где: RRF_i^{Eth} — относительный фактор отклика детектора на i -ый исследуемый летучий компонент относительно этанола; ρ_{Eth} — плотность безводного этанола, $\rho_{Eth} = 789300$ мг/л;

⁴ ГОСТ 3639–79 «Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта (с Изменением № 1)» Постановлением Госстандарта СССР № 4338 от 14.11.1979 г. введен в действие с 01.01.1982 г.

⁵ См. ГОСТинг (№№ 1–7).

⁶ См. ГОСТинг (№ 9).

⁷ См. ГОСТинг (№№ 1–7).

⁸ См. ГОСТинг (№ 9).

Табл. 1. Массовая концентрация летучих компонентов мг/л безводного спирта

Метод	Объемная доля этанола (согласно ГОСТ 3639-79), $\bar{C}^{Eth} \pm \Delta C^{Eth}$ %											
	Водка	Спирт	Джин	Виски	Бренди	Бурбон	Граппа	Ракия	Текила	Ром	Кальвадос	Саке
	40,0±0,1	95,9±0,1	46,9±0,1	43,1±0,1	40,0±0,1	40,1±0,1	40,0±0,1	40,2±0,1	37,9±0,1	40,2±0,1	40,2±0,1	14,4±0,1
Концентрация летучих компонентов, мг/л безводного спирта												
ацетальдегид												
Разработанный метод	1,89	0,75 ↓	1,60	187,6	168,7	82,3	215,8	91,2	20,6	34,4	83,7	65,3
Внутренний стандарт	1,88 ↓	0,75 ↓	1,62 ↓	187,2	169,2	82,0	212,9	91,2	20,7	34,5	83,6	65,9
Внешний стандарт	1,87	0,74 ↓	1,61	187,8	167,5	81,6	217,2	91,4	20,6	34,4	83,6	65,5
этилацетат												
Разработанный метод	0,00	0,00	2,24	192,3	272,4	644,0	299,0	1326	122,8	284,8	757,1	225,9
Внутренний стандарт	0,00	0,00	2,27 ↓	191,8	273,1	641,3	294,9	1326 ↑	123,4	285,1	756,1	227,7
Внешний стандарт	0,00	0,00	2,24	191,2	268,6	634,4	298,9	1320	121,8	282,6	751,3	224,8
метанол												
Разработанный метод	9,37	3,18 ↓	3,35 ↓	52,1	327,2	103,5	417,0	11769 ↑	1649	12,7	1032	21,5
Внутренний стандарт	9,29 ↓	3,20 ↓	3,40 ↓	52,0	328,2	103,1	411,5	11772 ↑	1656↑	12,7	1031 ↑	21,7
Внешний стандарт	9,24	3,16	3,38	52,1	325,0	102,6	419,7	11796 ↑	1647	12,7	1031	21,6
пропан-2-ол												
Разработанный метод	1,62	0,74 ↓	3,86	3,27	5,31	2,48	4,28	12,2	6,62	8,14	5,37	0,00
Внутренний стандарт	1,61	0,75	3,92	3,26	5,33	2,47	4,22	12,2	6,65	8,15	5,36	0,00
Внешний стандарт	1,63	0,75 ↓	3,97	3,33	5,38	2,51	4,39	12,5	6,74	8,29	5,47	0,00
пропан-1-ол												
Разработанный метод	0,00	0,00	0,55 ↓	412,5	271,4	183,8	213,1	4266	367,8	334,6	343,8	634,5
Внутренний стандарт	0,00	0,00	0,55 ↓	411,6	272,2	183,1	210,3	4267 ↑	369,4	335,0	343,4	639,8
Внешний стандарт	0,00	0,00	0,55 ↓	412,1	269,0	181,9	214,1	4267	366,5	333,5	342,7	634,4
2-метилпропан-1-ол												
Разработанный метод	0,00	0,00	0,24 ↓	612,3	1244	767,5	344,3	482,9	551,6	54,0	582,4	212,6
Внутренний стандарт	0,00	0,00	0,25 ↓	610,9	1247 ↑	764,6	339,7	483,0	554,1	54,1	581,7	214,4
Внешний стандарт	0,00	0,00	0,25 ↓	609,8	1229	757,2	344,7	481,5	548,0	53,7	578,8	211,9
бутан-1-ол												
Разработанный метод	0,00	0,00	0,31 ↓	5,65	3,53	8,56	6,31	42,5	10,2	5,75	166,1	19,2
Внутренний стандарт	0,00	0,00	0,32 ↓	5,64 ↓	3,54 ↓	8,53 ↓	6,22 ↓	42,5	10,2	5,76 ↓	165,9	19,4
Внешний стандарт	0,00	0,00	0,31 ↓	5,61	3,48	8,42	6,30	42,3	10,1	5,70	164,6	19,1
3-метилбутан-1-ол												
Разработанный метод	0,00	0,00	23,9	679,8	3347	3261	1122	1330	2112	235,4	2295	750,6
Внутренний стандарт	0,00	0,00	24,3	678,2	3356 ↑	3250 ↑	1107 ↑	1330 ↑	2108 ↑	235,7	2293 ↓	756,8
Внешний стандарт	0,00	0,00	24,1	678,2	3312	3224	1125	1329	2102	234,4	2285	749,5

↓, ↑ — полученное значение выходит за диапазон определяемых значений массовой концентрации (в случае внешнего стандарта оценка производится по ГОСТ 33834-2013, в случае внутреннего стандарта — согласно (ЕС) 2870/2000);

** пропан-2-ол не определяют по (ЕС) 2870/2000, поэтому информация о диапазоне определяемых значений массовой концентрации отсутствует.

⁹ См. ГОСТинг (№№ 3, 9).

Оценка соответствия и контроль

A_i^{Sample} и A_{Eth}^{Sample} — значения отклика детектора на i -ый исследуемый летучий компонент и на этанол в исследуемом образце, например, площадь пика, произвольные единицы измерения.

Значения относительных факторов отклика рассчитываются с использованием данных хроматограммы калибровочного раствора по формуле:

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

где: C_i^{Cal} — массовая концентрация i -го летучего компонента в калибровочном растворе, мг/л безводного спирта; A_i^{Cal} и A_{Eth}^{Cal} — значения отклика детектора на i -ый летучий компонент и на этанол в калибровочном растворе, площадь пика, произвольные единицы измерения.

В работе [8] отмечено, что значения относительных факторов отклика RRF для современных газовых хроматографов с пламенно-ионизационным детектором обладают высокой воспроизводимостью. Анализ результатов многолетних экспериментальных исследований метода [2–7, 9] показал, что относительное стандартное отклонение для значений RRF^{Eth} не превышает 10 %. Усредненные значения RRF^{Eth} [2–7, 9] представлены в табл. 2.

Таким образом, оценочные значения концентраций летучих соединений в алкогольной продукции можно получить, используя данные хроматограммы, без предварительной традиционной калибровки прибора.

Важно отметить, что при расчете концентраций летучих компо-

нентов в соответствии с формулой (1) не требуется учитывать значения: объема вводимой пробы; деления потока на входе в капиллярную колонку; потоков воздуха и водорода в пламенно-ионизационный детектор [2–7, 9]. Значения массовой концентрации летучих компонентов в образце имеют размерность мг/л безводного спирта, что соответствует требованиям, установленным документами, которые регулируют оборот алкогольной продукции [2–7, 9].

Испытательные и производственные лаборатории, выполняющие работы по определению количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов, могут провести валидацию предложенного метода без каких-либо

Табл. 2. Усредненные значения калибровочных коэффициентов, полученные для газовых хроматографов разных производителей

Летучий компонент	RRF^{Eth}		
	Хроматэк Кристалл [7]	Agilent [5]	Shimadzu [9]
Ацетальдегид	1,312	1,425	2,022
Метилацетат	1,445	1,611	2,758
Этилацетат	1,074	1,121	1,584
Метанол	1,304	1,298	1,502
Пропан-2-ол	0,765	0,896	-
Этанол	1,000	1,000	1,000
Пропан-1-ол	0,665	0,753	0,840
2-метилпропан-1-ол	0,536	0,640	0,744
Бутан-1-ол	0,615	0,672	0,771
3-метилбутан-1-ол	0,560	0,613	0,735

ГОСТИНГ

ПП	Номер документа	Название документа
1	ГОСТ 31684–2012	«Спирт этиловый-сырец из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей» введен с 01.07.2013 г. приказом Росстандарта от 29.11.2012 г. № 1689–ст
2	ГОСТ 33833–2016	«Напитки спиртные. Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта» введен с 01.01.2018 г. приказом Росстандарта от 30.08.2016 г. № 968–ст
3	ГОСТ 33834–2016	«Продукция винодельческая и сырье для ее производства. Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов» введен с 01.01.2018 г. приказом Росстандарта от 01.09.2016 г. № 1021–ст
4	ГОСТ Р 51999–2002	«Спирт этиловый технический синтетический ректифицированный и денатурированный. Технические условия» Постановлением Госстандарта России № 528–ст от 30.12.2002 г. введен в действие в качестве национального стандарта с 01.01.2004 г.
5	ГОСТ Р 52363–2005	«Спиртосодержащие отходы спиртового и ликероводочного производства. Газохроматографический метод определения содержания летучих органических примесей» Приказом Росстандарта №194–ст от 19.07. 2005 г. введен в действие в качестве национального стандарта с 01.07.2006 г.
6	СТБ ГОСТ Р 51698–2001	«Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей» Постановлением Госстандарта Республики Беларусь № 19 от 30.05.2001 г. введен в действие в качестве национального стандарта с 01.11.2002 г.
7	ГОСТ 30536–2013	«Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей» Приказом Росстандарта от 28.06.2013 г. № 338–ст введен в действие в качестве национального стандарта с 01.07.2014 г.
8	AOAC Official Method 972.11 (2005)	<i>Methanol in distilled liquors. Gas chromatographic method. AOAC International</i>
9	Commission Regulation (EC) No 2870/2000	<i>Community reference methods for the analysis of spirits drinks. The commission of the European communities</i>
10	GB/T 11858–2008	<i>Vodka. National Standards of People's Republic of China</i>
11	IS 3752: 2005(R2009)	<i>Alcoholic drinks – Methods of test. Bureau of Indian Standards</i>

дополнительных материальных, финансовых и трудовых затрат. Уточненные значения относительных факторов отклика детектора могут быть рассчитаны по формуле (2) с использованием данных хроматограмм приготовленных калибровочных растворов или стандартных образцов. Процедура выполнения измерений по предложенному методу представлена на страницах Интернет-ресурса¹⁰.

Использованная литература:

1. Gas Chromatographic Determination of Volatile Congeners in Spirit Drinks: Interlaboratory Study / J. Kelly [et al.] // J. AOAC Int. — 1998. — Vol. 82. — P. 1375–1388.
2. Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks by Gas Chromatography. / S. Charapitsa [et al.] // J. Agric. Food Chem. — 2013. — Vol. 61. — P. 2950–2956. doi.org/10.1021/jf3044956
3. The establishment of metrological characteristics of the method “Ethanol as Internal Standard” for the direct determination of volatile compounds in alcoholic products. / S. Charapitsa [et al.] // J. Chem. Metrol. — 2018. — Vol. 12. — P. 59–69. doi.org/10.25135/jcm.14.18.02.063
4. Single-Laboratory Validation of a Gas Chromatographic Method of Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks: Need for an Improved Interlaboratory Study, / S. Charapitsa [et al.] // J. AOAC Int. — 2019. — Vol. 102, iss. 2. — P. 669–672. doi.org/10.5740/jaoacint.18-0258
5. Interlaboratory study of ethanol usage as an internal standard in direct determination of volatile compounds in alcoholic products, / S. Charapitsa [et al.] // 42nd World Congress of Vine and Wine, BIO Web of Conferences. — 2019. — Vol. 15. — 8 p. doi.org/10.1051/bioconf/20191502030

¹⁰ Метод прямого определения массовых концентраций летучих компонентов в спиртосодержащей продукции «Этанол — внутренний стандарт». — <http://www.inp.bsu.by/ethanol/ru/index.html>.

6. The study of the matrix effect on the method of direct determination of volatile compounds in a wide range of alcoholic beverages. / S. Charapitsa [et al.] // Food Control – 2020. doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107528

7. 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 Alcoholic Beverages / S. Charapitsa [et al.] Food Analytical Methods. – 2021. doi.org/10.1007/s12161-021-02047-8

8. Rome K., McIntyre A., Macclesfield A. Intelligent use of relative response factors in gas chromatography-flame ionisation detection // Chromatography today. 2012. (5). P. 52–56.

9. Черепица С.В., Сытова С.Н., Соболенко Л.Н., Шевченко Е.Д., Колеснов А.Ю., Цимбалаев С.Р. Подтверждение пригодности метода использования этанола в качестве референсного соединения для количественного определения содержания летучих компонентов в алкогольных напитках // Бутлеровские сообщения. – 2020. – Т.64. №12. – С.60–75. doi.org/10.37952/ROI-jbc-01/20-64-12-60

References:

1. Gas Chromatographic Determination of Volatile Congeners in Spirit Drinks: Interlaboratory Study / J. Kelly [et al.] // J. AOAC Int. – 1998. – Vol. 82. – P. 1375–1388.

2. Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks by Gas Chromatography. / S. Charapitsa [et al.] // J. Agric. Food Chem. – 2013. – Vol. 61. – P. 2950–2956. doi.org/10.1021/jf3044956

3. The establishment of metrological characteristics of the method “Ethanol as Internal Standard” for the direct determination of volatile compounds in alcoholic products. / S. Charapitsa [et al.] // J. Chem. Metrol. – 2018. – Vol. 12. – P. 59–69. doi.org/10.25135/jcm.14.18.02.063

4. Single-Laboratory Validation of a Gas Chromatographic Method of Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks: Need for an Improved Interlaboratory Study, / S. Charapitsa [et al.] // J. AOAC Int. – 2019. – Vol. 102, iss. 2. – P. 669–672. doi.org/10.5740/jaoacint.18-0258

5. Interlaboratory study of ethanol usage as an internal standard in direct determination of volatile compounds in alcoholic products, / S. Charapitsa [et al.] // 42nd World Congress of Vine and Wine, BIO Web of Conferences. – 2019. – Vol. 15. – 8 p. doi.org/10.1051/bioconf/20191502030

6. The study of the matrix effect on the method of direct determination of volatile compounds in a wide range of alcoholic beverages. / S. Charapitsa [et al.] // Food Control – 2020. doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107528

7. 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 Alcoholic Beverages / S. Charapitsa [et al.] Food Analytical Methods. – 2021. doi.org/10.1007/s12161-021-02047-8

8. Rome K., McIntyre A., Macclesfield A. Intelligent use of relative response factors in gas chromatography-flame ionisation de-

tection // Chromatography today. 2012. (5). P. 52–56.

9. Confirmation of the suitability of the method of using ethanol as a reference substance for quantitative determination of volatile compounds in alcoholic beverages / S. Charapitsa [et al.] // Butlerov Communications. – 2020. – Vol.64. No.12. – P. 60-75. doi.org/10.37952/ROI-jbc-01/20-64-12-60.



Резюме

Высокая эффективность предложенного метода может служить основанием для инициирования в установленном порядке межлабораторных испытаний под патронажем Международной межправительственной организации по виноградарству и виноделию (OIV).

TITLE: _____

Improving quality and safety control of alcoholic and alcohol-containing products

AUTHOR: _____

S.V. Charapitsa, Ph.D. (Physics and mathematics), Leading Researcher of the Laboratory of Analytical Research of Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University

S.N. Sytova, Ph.D. (Physics and mathematics), Head of the Laboratory of Analytical Research of Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University

L.N. Sobolenko, PhD student (Chemistry) of the Department of Analytical Chemistry of Chemical Faculty of Belarusian State University, Junior researcher of the Laboratory of Analytical Research of Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University

A.Y. Kolesnov, Dr. (Technical Sciences), PhD (Biology), Head of the Laboratory of Fundamental and Applied Research of Quality and Food Technology of Food Products of the Shared Research and Educational Center of Peoples' Friendship University of Russia,

S.R. Tsimbalaev, PhD (Technical Sciences), Leading Researcher of the Laboratory of Fundamental and Applied Research of Quality and Food Technology of Food Products of the Shared Research and Educational Center of Peoples' Friendship University of Russia

ABSTRACT _____

The purpose of the study is to recognize the method as a reference for quality control and safety of alcoholic beverages at the interstate and international levels.

KEYWORDS: _____

alcoholic products, ethanol, methanol, internal standard, gas chromatography with flame-ionization detection (GC/FID)

SUMMARY _____

The high efficiency of the proposed method can serve as a basis for initiating interlaboratory tests under the patronage of the International Intergovernmental Organization for Viticulture and Winemaking (OIV) in accordance with the established procedure.