



# **Совершенствование контроля качества и безопасности алкогольной и спиртосодержащей продукции. Проблемы и решения**

# Стандарты для Регулирующих Органов по определению летучих компонентов в алкогольной продукции



Евразийское  
Экономическое  
Сообщество

Commission Regulation (EC) No. 2870/2000 Community  
reference methods for the analysis of spirits drinks



OIV method OIV-MA-BS-14 : R2009. Determination of  
The principal volatile substances of spirit drinks of viti-  
vicultural origin

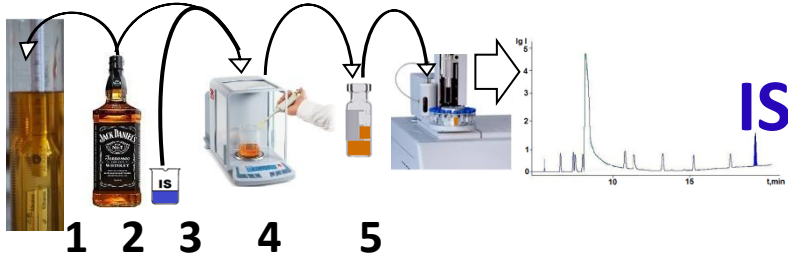
ГОСТ 30536	ГОСТ 12280	ГОСТ 10749.14
ГОСТ 31684	ГОСТ 13194	ГОСТ Р 57893
ГОСТ 33833	ГОСТ 12280	ГОСТ Р 52363
ГОСТ 33834	ГОСТ 30536	ГОСТ Р 51999
ГОСТ 33408	ГОСТ 32070	ГОСТ Р 51698
ГОСТ 32013	ГОСТ 32036	ГОСТ Р 51786
ГОСТ 31811	ГОСТ 10749.3	ГОСТ Р 55878
ГОСТ 14138	ГОСТ 10749.6	ГОСТ 33723
ГОСТ 32039	ГОСТ 10749.13	СТБ ГОСТ Р 51698

**Один стандарт один метод на все виды  
алкогольной продукции для всех стран**

**Несколько стандартов у каждого члена ЕврАзЭС  
Действует одновременно более 25 стандартов**

# Идея метода

## Метод внутреннего стандарта (традиционный)



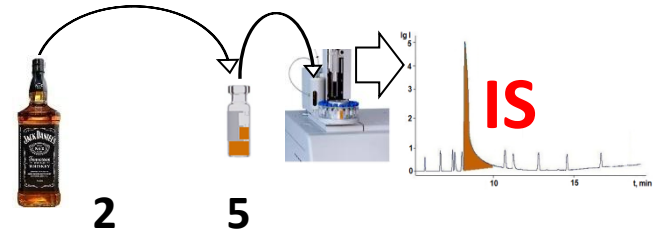
В соответствии с традиционным методом внутреннего стандарта концентрация  $i$ -го компонента в размерности мг/кг определяется по следующей формуле:

$$C_i^{\text{exp}} (\text{мг/кг}) = RRF_i^{\text{IS}} \frac{A_i}{A_{\text{IS}}} C_{\text{IS}} (\text{мг/кг})$$

Для вычисления концентрации компонента, выраженной в мг/л (AA), следует измерить плотность образца и определить его крепость (объемное содержание этанола):

$$C_i^{\text{exp}} (\text{мг/л (AA)}) = \frac{C_i (\text{мг/кг}) \cdot \rho_{\text{sample}} (\text{кг/л}) \cdot 100\%}{\text{крепость} (\%, \text{об.})}$$

## Этанол в качестве внутреннего стандарта\*



В соответствии с методом “Этанол в качестве внутреннего стандарта” концентрация  $i$ -го компонента в размерности мг/кг определяется по следующей формуле

$$C_i^{\text{exp}} (\text{мг/л (AA)}) = RRF_i^{\text{Eth}} \cdot \frac{A_i}{A_{\text{Eth}}} \cdot \rho_{\text{Eth}} (\text{мг/л})$$

1. Нет необходимости добавлять какой-либо внутренний стандарт в образец.
2. Этанол всегда присутствует в алкогольной продукции и его концентрация в мг/л (AA) всегда известна со 100 % гарантией и равна плотности этанола  $C_{\text{ethanol}} = 789300$  мг/л.

\*Charapitsa S., et al. Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks by Gas Chromatography.

*Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2013, 61, 2950-2956. [doi.org/10.1021/jf3044956](https://doi.org/10.1021/jf3044956)

Charapitsa S., et al. The establishment of metrological characteristics of the method “Ethanol as Internal Standard” for the direct determination of volatile compounds in alcoholic products .

*Journal of Chemical Metrology*, 2018, 12, 59-69. [doi.org/10.25135/jcm.14.18.02.063](https://doi.org/10.25135/jcm.14.18.02.063)

Charapitsa S., et al Single-Laboratory Validation of a Gas Chromatographic Method of Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks:

Need for an Improved Interlaboratory Study, *Journal of AOAC International*, 2019, 102, 2, 669-672. [doi.org/10.5740/jaoacint.18-0258](https://doi.org/10.5740/jaoacint.18-0258)

Charapitsa S., et al. Interlaboratory study of ethanol usage as an internal standard in direct determination of volatile compounds in alcoholic products,

*42nd World Congress of Vine and Wine*, 2019, [doi.org/10.1051/bioconf/20191502030](https://doi.org/10.1051/bioconf/20191502030)

Charapitsa S., et al. . The Perspectives of Ethanol Usage as an Internal Standard for the Quantification of Volatile Compounds in Alcoholic Products by GC-MS.

*Journal of Mass Spectrometry*, 2019, [doi.org/10.1002/jms.4493](https://doi.org/10.1002/jms.4493)

# Сравнительный анализ теоретических основ двух методов

ЕС 2870/2000

Ethanol is Internal Standard

$$RRF_i^{3\text{-pentanol}} = \frac{C_i^{st} (mg / kg)}{A_i^{st}} / \frac{C_{3\text{-pentanol}}^{st} (mg / kg)}{A_{3\text{-pentanol}}^{st}} \longleftrightarrow RRF_i^{Ethanol} = \frac{C_i^{st} (mg / L AA)}{A_i^{st}} / \frac{\rho_{Ethanol} (mg / L AA)}{A_{Ethanol}^{st}} \quad (1)$$

$$\begin{aligned} C_i (mg / kg) &= RRF_i^{3\text{-pentanol}} \cdot \frac{A_i}{A_{3\text{-pentanol}}} \cdot C_{3\text{-pentanol}} (mg / kg) \\ C_i (mg / L AA) &= C_i (mg / kg) \cdot \rho_{test} (mg / L) / strength(\% v / v) \end{aligned} \longleftrightarrow \begin{aligned} C_i (mg / L AA) &= RRF_i^{Ethanol} \cdot \frac{A_i}{A_{Ethanol}} \cdot \rho_{Ethanol} (mg / L AA) \end{aligned} \quad (2)$$

$$\frac{u(C_i)}{C_i} = \sqrt{\underbrace{\left(\frac{u(RRF_i)}{RRF_i}\right)^2}_{1} + \underbrace{\left(\frac{u(A_i)}{A_i}\right)^2}_{2} + \underbrace{\left(\frac{u(A_{IS})}{A_{IS}}\right)^2}_{3} + \underbrace{\left(\frac{u(C_{IS})}{C_{IS}}\right)^2}_{4} + \underbrace{\left(\frac{u(\rho_{sample})}{\rho_{sample}}\right)^2}_{5} + \underbrace{\left(\frac{u(ABV(v/v))}{ABV(v/v)}\right)^2}_{6}} > \frac{u(C_i)}{C_i} = \sqrt{\underbrace{\left(\frac{u(RRF_i)}{RRF_i}\right)^2}_{1} + \underbrace{\left(\frac{u(A_i)}{A_i}\right)^2}_{2} + \underbrace{\left(\frac{u(A_{Ethanol})}{A_{Ethanol}}\right)^2}_{3}}$$

The presence of these **three additional terms (4, 5, 6)** indicates a higher uncertainty during the determination of concentrations of volatile compounds by the traditional method than “Ethanol is Internal Standard” method.

These additional terms are responsible for the uncertainty in the determination of concentration of internal standard, density and ABV value of a test sample.

# Проблемы и возможности при внедрении метода

## Проблемы:

Консервативная сфера деятельности, так как алкогольная продукция - это:

продукты питания, зачастую премиум класса, подакцизный товар, товар международной торговли, вековые традиции производства, жесткая конкуренция и государственный контроль.

Вхождение на рынок только после совместной рекомендации Codex Alimentarius, FAO, OIV, WHO.

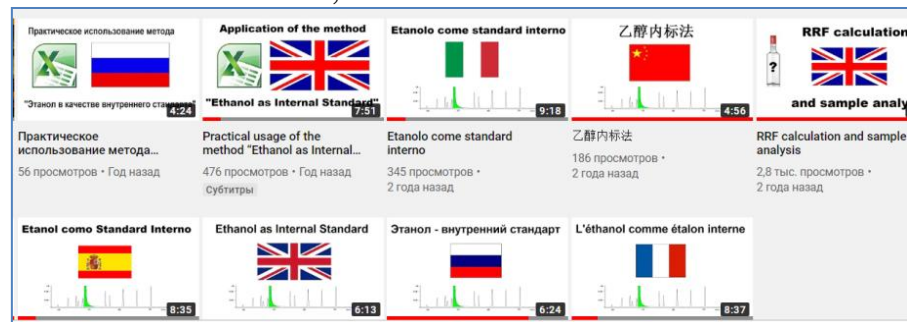
## Возможности:

Внедрение метода **не требует** приобретения какого-либо дополнительного оборудования и реактивов.

## Задачи при внедрении метода

Предложить участникам рынка готовые решения:

- алгоритмы, позволяющие синхронно выдавать итоговые протоколы анализа алкогольной продукции как в соответствии с действующими регламентами Codex Alimentarius, FAO, OIV, WHO, ГОСТ, Фармакопейными статьями, так и в соответствии с предложенным новым методом,
- руководства пользователя по валидации метода и выполнению испытаний,
- бесплатную 24/7 on-line техническую поддержку,
- специализированный **YouTube** канал "[Ethanol - IS](#)"



# Сделано

EA100/2017



## ЕВРАЗИЙСКАЯ ПАТЕНТНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ (ЕАПО) Eurasian Patent Organization

### ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО (ЕАПВ) Eurasian Patent Office

М. Черкасский пер., 2, Москва, 109012, Россия  
M. Cherkassky per. 2, Moscow, 109012, Russia

Факс (Fax): +7(495) 621-2423, E-mail: info@eapo.org

На № **70/ЕАПО** от **16/07/2018**  
Номер заявки: **201800397/26**

ОДО "Лекспатент"  
а/я 418, г. Минск, 220131, Республика  
Беларусь

**Дата отправки**

30 ИЮЛ 2018

г-же Г.В. Вашук

### УВЕДОМЛЕНИЕ

о получении материалов евразийской заявки  
из национального патентного ведомства Договаривающегося государства

**1. Евразийская заявка на изобретение СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРИМЕСЕЙ В ЭТАНОЛСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ И СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРИМЕСЕЙ В ЭТАНОЛСОДЕРЖАЩЕЙ ЖИДКОСТИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УКАЗАННОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА**

поданная в **Национальный центр интеллектуальной собственности**  
и зарегистрированная под № **2018/EA/0039** от **23/05/2018** поступила в ЕАПВ **27/07/2018**

Евразийской заявке присвоен в ЕАПВ регистрационный номер **201800397**.

**При дальнейшей переписке просим ссылаться на этот номер.**

Подана заявка на получение Евразийского патента.

# Сделано



Разработаны два программных приложения :

1. расчет величин концентраций и неопределенностей летучих компонентов в этанолсодержащей матрице - приготовление  $CO_2$ ,
2. расчет величин концентраций в испытуемых алкогольных продуктах.

## SHORT COMMUNICATION

# Single-Laboratory Validation of a Gas Chromatographic Method of Direct Determination of Volatile Compounds in Spirit Drinks: **Need for an Improved Interlaboratory Study**

SIARHEI V. CHARAPITSA and SVETLANA N. SYTOVA

Belarusian State University, Institute for Nuclear Problems, Bobruyskaya St, 11, Minsk, Belarus

ANTON L. KORBAN and LIDIA N. SOBOLENKO

Belarusian State University, Institute for Nuclear Problems, Bobruyskaya St, 11, Minsk, Belarus; Belarusian State University, Nezavisimosti Ave, 4, Minsk, Belarus

**Background:** The quality and safety control of an alcoholic drink is mainly the establishment of its chemical content, particularly the quantity of volatile compounds. **Objective:** A single-laboratory validation of a gas chromatographic method of direct determination of volatile compounds in spirit drinks was conducted. The discussed method applies ethanol, the major volatile component of an alcoholic beverage, as an internal standard. Possible algorithms of method validation based on interlaboratory study were proposed and described. **Methods:** Seven standard solutions of the following volatile compounds were prepared gravimetrically in 40% (v/v) water–ethanol solution: acetaldehyde, methyl acetate, ethyl acetate, methanol, 2-propanol, 1-propanol, isobutanol, 1-butanol, and isoamylol. Each sample was measured with the proposed method 30 times in repeatability conditions. **Results:** Flame ionization detector response was linearly

in micrograms per gram units (1). It is important to note that legislative documents establish final presentation of volatile compound concentrations in milligrams per liter absolute alcohol (AA; or grams/hectoliter AA) units (2–4). To present concentrations in these quantity dimensions, one should perform an additional procedure of measuring the alcohol by volume content in the test sample.

## Methods

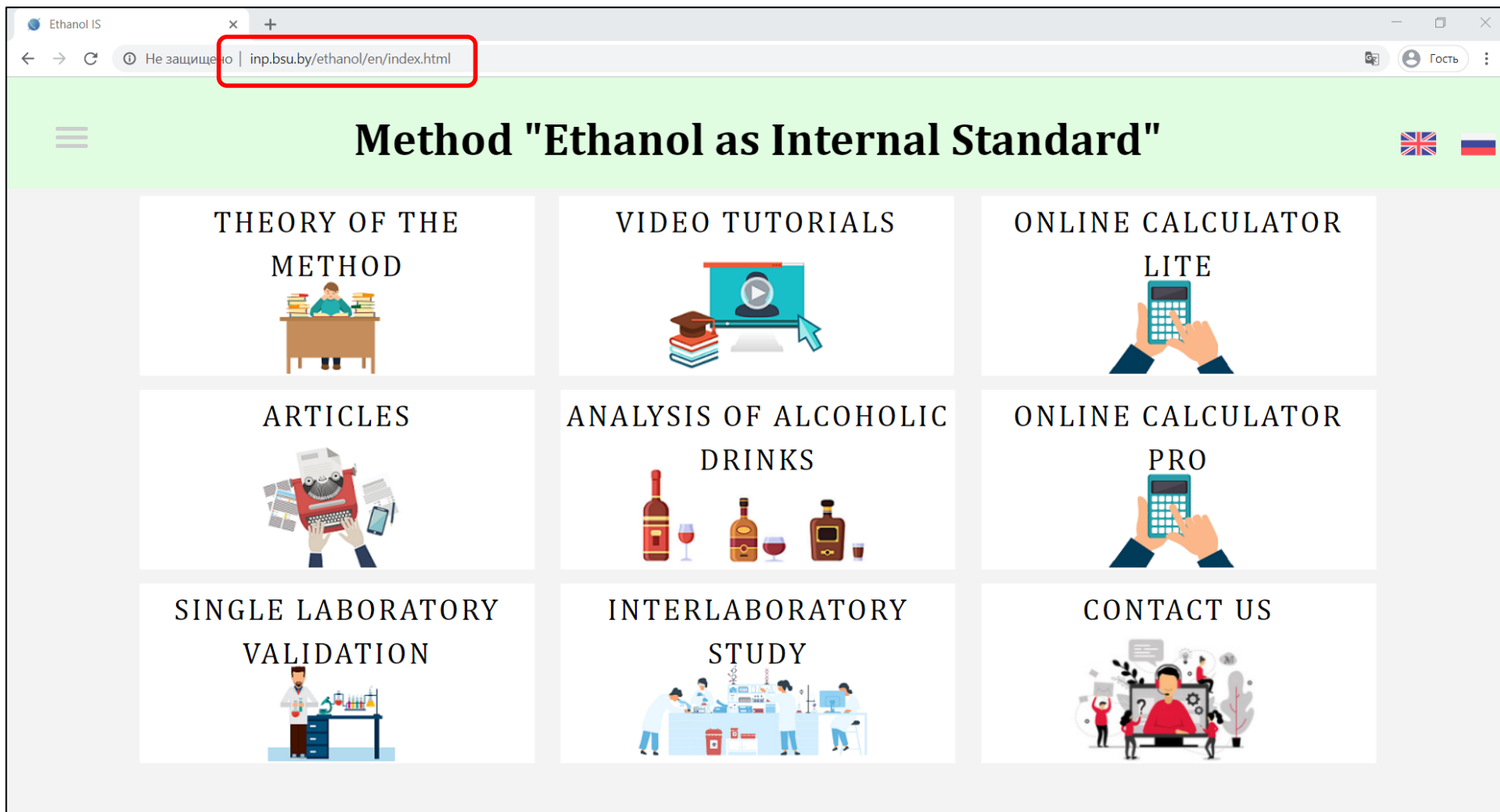
The current study is a further exploration of our previously published “Ethanol as Internal Standard” method (5–6). It consists of the determination of Relative Response Factor (RRF) for ethanol. First, response factor for *i*-th volatile and ethanol are determined according to the following formula:

$$\text{Response Factor}_i = \frac{\text{Concn}_{i/eth}^{st}}{\text{Area}_{i/eth}^{st}}, \quad (1)$$

where  $\text{Concn}_i^{st}$  is the concentration of *i*-th volatile or ethanol



# Сделано



Сопровождение проекта на английском языке <http://www.inp.bsu.by/ethanol/en/index.html>

# Сделано

Ethanol IS

Не защищено | inp.bsu.by/ethanol/ru/index.html

Гость

## Метод "Этанол - внутренний стандарт"

ТЕОРИЯ МЕТОДА

ОБУЧАЮЩИЕ ВИДЕО

ОНЛАЙН КАЛЬКУЛЯТОР LITE

ПУБЛИКАЦИИ

АНАЛИЗ АЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ

ОНЛАЙН КАЛЬКУЛЯТОР PRO

ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДА В ОДНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ ИСПЫТАНИЯ МЕТОДА

КОНТАКТЫ

Сопровождение проекта на русском языке <http://www.inp.bsu.by/ethanol/ru/index.html>

# Сделано



Не защищено

inp.bsu.by/ethanol/ru/Calculator.html

## Метод "Этанол - внутренний стандарт"

### Онлайн-калькулятор

№	Компонент	Калибровка по РВ-1							Испытуемый образец			Бренди	
		Паспортная концентрация, мг/л	Паспортная концентрация, мг/л АА	Отклик 1, отн. ед.	Отклик 2, отн. ед.	Отклик 3, отн. ед.	RF	RRF	Отклик 1, отн. ед.	Отклик 2, отн. ед.	Отклик 3, отн. ед.	Концентрация, мг/л АА	
1	Ацетальдегид	9.80	24.50	2.7639	2.7444	0	8.90	2.139	19.2962	0	0	172.02	
2	Метилацетат	9.20	23.00	2.7939	2.8248	0	8.19	1.969	3.8888	0	0	31.91	
3	Этилацетат	9.00	22.50	4.5542	4.4945	0	4.97	1.195	56.7694	0	0	282.74	
4	Метанол, мг/л	80.78	201.96	30.6524	30.4877	0	6.61	1.589	52.0961	0	0	345.01	
	Метанол, (об. %)	0.0102										0.0436 (об. % АА)	
5	2-пропанол	8.70	21.75	4.3737	4.3422	0	4.99	1.200	0	0	0	—	
6	Этанол		789300	190243	189210	0	4.16	1.000	189384	0	0	789300	
7	1-пропанол	8.00	20.00	5.8342	5.8404	0	3.43	0.825	79.0383	0	0	271.76	
8	Изобутанол	8.00	20.00	7.0155	6.9469	0	2.86	0.688	422.6014	0	0	1211.76	
9	1-бутанол	8.10	20.15	6.9032	6.8646	0	2.93	0.704	1.1144	0	0	3.27	
10	Изоамилол	8.10	20.15	7.5100	7.4182	0	2.70	0.649	1213.5535	0	0	3282.48	

Очистить всё

Печать

Онлайн-калькулятор в свободном доступе.

# Синхронизация отчетов по двум методам

Data File C:\CHEM32\1\DATA\ALCOHOL\BRANDY.D  
Sample Name: RVE-K-1

```

=====
Acq. Operator   : shest                      Seq. Line : 21
Acq. Instrument : Instrument 1                Location  : Vial 106
Injection Date  : 15.02.2019 0:26:17         Inj       : 1
                                           Inj Volume: 1 µl

Acq. Method    : C:\HPCHEM\1\METHODS\1\SPIRT_RV.M
Last changed   : 14.02.2019 21:05:08 by shest
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\EXTERNAL_STANDARD_RV.M
Last changed   : 13.05.2019 13:53:13
                (modified after loading)
Additional Info : Peak(s) manually integrated
=====
External Standard Report
=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 13.05.2019 13:52:10
Multiplier    : 1.0000
Dilution      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A,

```

RetTime [min]	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [mg/L]	Grp	Name
3.146	BB	19.30616	3.54975	68.53204		Acetaldehyde
3.839	VB	3.89059	3.26799	12.71441		Methyl acetate
4.491	BV	56.77414	1.98393	112.63583		Ethyl acetate
4.651	VB	52.10571	3.33915e-4	1.73989e-2		Methanol, %
5.084		-	-	-		2-propanol
5.297	BB S	1.89385e5	2.09573e-4	39.68984		Ethanol, %
7.770	BB	79.04855	1.36267	107.71724		1-propanol
9.153	BB	422.61612	1.14194	482.60232		2-methyl-1-propanol
10.439	BB	1.11518	1.16797	1.30250		1-butanol
11.792	BB	1213.55713	1.08046	1311.19524		3-methyl-1-butanol
Totals :				2136.40682		

2 Warnings or Errors :

Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)  
Warning : Calibrated compound(s) not found

```

=====
*** End of Report ***
=====
Instrument 1 13.05.2019 14:03:45 Page 1 of 1

```

Data File C:\CHEM32\1\DATA\ALCOHOL\BRANDY.D  
Sample Name: RVE-K-1

```

=====
Acq. Operator   : shest                      Seq. Line : 21
Acq. Instrument : Instrument 1                Location  : Vial 106
Injection Date  : 15.02.2019 0:26:17         Inj       : 1
                                           Inj Volume: 1 µl

Acq. Method    : C:\HPCHEM\1\METHODS\1\SPIRT_RV.M
Last changed   : 14.02.2019 21:05:08 by shest
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\ETHANOL_AS_INTERNAL_STANDARD.M
Last changed   : 13.05.2019 14:28:42
                (modified after loading)
Additional Info : Peak(s) manually integrated
=====
Internal Standard Report
=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 13 May 2019 r. 14:28:42
Multiplier    : 1.0000
Dilution      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [ng/L AA]
-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
1 7.89300e5 Ethanol

```

Signal 1: FID1 A,

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [ng/L AA]	Grp	Name
3.146	BB	1	19.29619	2.13828	171.96268		Acetaldehyde
3.839	VB	1	3.88879	1.96794	31.89511		Methyl acetate
4.491	BV	1	56.76944	1.19541	282.83414		Ethyl acetate
4.651	VB	1	52.09607	1.58959	345.13520		Methanol
5.085		1	-	-	-		2-propanol
5.297	VB S I	1	1.89384e5	1.00000	7.89300e5		Ethanol
7.770	BB	1	79.03934	8.23564e-1	271.29342		1-propanol
9.153	BB	1	422.60141	6.88636e-1	1212.88444		2-methyl-1-propanol
10.439	BB	1	1.11444	7.07093e-1	3.28421		1-butanol
11.792	BB	1	1213.55347	6.52135e-1	3298.33836		3-methyl-1-butanol
Totals without ISTD(s) :					5617.62759		

2 Warnings or Errors :














Warning : Calibration warnings (see calibration table listing)  
Warning : Calibrated compound(s) not found

```

=====
*** End of Report ***
=====
Instrument 1 13.05.2019 14:30:12 Page 1 of 1

```

Формирование итоговых отчетов по двум методам для комплексов Agilent (Hewlett-Packard).

<b>Матрица</b>													
	Виски Grant's	Бренди «Courvoisier»	Ром «Captain Morgan White»	Джин «Beefeater»	Водка «Finsky»	Граппа «Grappa No.1»	Текила «Olmeca Blanco»	Кальвадос «Coquerele»	Саке «OUGYOKU THE CHERRY GEM»	Бурбон «Jim Beam»	Ракья «Slivovice»	Скотч «Passport Scotch»	Спирт этиловый 96%
<b>Компонент</b>	<b>Относительное различие между измеренными концентрациями, %</b>												
ацетальдегид	-1.7	0.2	1.2	1.1	0.1	-1.7	1.8	0.1	-1.8	-1.2	-0.6	1.4	-1.6
метилацетат	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
этилацетат	-1.8	0.1	1.1	1.0	-	-1.7	1.8	0.1	-1.8	-1.3	-0.7	1.3	-
метанол	-1.7	0.2	1.2	1.1	0.1	-1.7	1.9	0.1	-1.8	-1.2	-0.6	1.4	-1.6
2-пропанол	-1.7	0.1	1.2	1.1	0.1	-1.7	1.8	0.1	-	-1.3	-0.6	1.3	-1.6
1-пропанол	-1.7	0.2	1.2	-	-	-1.7	1.8	-	-1.8	-1.2	-0.6	-	-
изобутанол	-1.7	0.1	1.2	-	-	-1.7	1.8	0.1	-1.8	-1.3	-0.6	1.4	-
1-бутанол	-1.7	0.2	1.2	1.1	-	-1.7	1.9	0.1	-1.8	-1.3	-0.7	1.3	-
изоамилол	-1.7	0.2	1.2	1.1	-	-1.7	1.8	0.1	-1.8	-1.2	-0.6	1.3	-

**Относительная разность между результатами испытаний, полученными по Регламенту Еврокомиссии 2870/2000 и по методу из Беларуси не превышает  $\pm 2\%$**

# Предварительные межлабораторные испытания

BIO Web of Conferences 15, 02030 (2019)

42<sup>nd</sup> World Congress of Vine and Wine

<https://doi.org/10.1051/bioconf/20191502030>

## Interlaboratory study of ethanol usage as an internal standard in direct determination of volatile compounds in alcoholic products

S. Charapitsa<sup>1</sup>, S. Sytova<sup>1</sup>, A. Korban<sup>1,2</sup>, L. Sobolenko<sup>1,2</sup>, V. Egorov<sup>2</sup>, S. Leschev<sup>2</sup>, M. Zakharov<sup>3</sup>, R. Čabala<sup>4</sup>, R. Busarova<sup>5</sup>, I. Shestakovich<sup>6</sup>, A. Tolstouhova<sup>6</sup>, S. Ondroušek<sup>7</sup>, J. Vávra<sup>7</sup>, M. Yilmaztekin<sup>8</sup>, and T. Cabaroglu<sup>9</sup>

<sup>1</sup> Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University, 220030, Bobruyskaya Str., 11, Minsk, Belarus

<sup>2</sup> Chemistry Faculty, Department of Analytical Chemistry, Belarusian State University, Leningradskaya Str., 14, 220050, Minsk, Belarus

<sup>3</sup> All-Russian Scientific Research Institute of the Brewing, Non-Alcoholic and Wine Industry – Branch of the V.M. Gorbатов Federal Scientific Center of Food Systems of RAS, 119021, Rossolimo Str., 17, Moscow, Russia

<sup>4</sup> Charles University, Faculty of Science, Department of Analytical Chemistry, Hlavova Str., 2030/8, 128 40, Prague 2, Czech Republic

<sup>5</sup> JS “Mosazervinzavod”, 115088, Yuzhnoportovaya Str., 30, Moscow, Russia

<sup>6</sup> Republican Centre for Hygiene, Epidemiology and Public Health, 220099, Kazintsya Str., 50, Minsk, Belarus

<sup>7</sup> General Directorate of Customs, Customs Technical Laboratory, Budějovická Str., 7, 140 96, Prague 4, Czech Republic

<sup>8</sup> Inonu University, Faculty of Engineering, Department of Food Engineering, 44280, Malatya, Turkey

<sup>9</sup> Cukurova University, Faculty of Agriculture, Department of Food Engineering, 01330, Adana, Turkey

**Abstract.** A collaborative interlaboratory study on the method of direct quantitation of volatile compounds in spirit drinks and alcoholic products was conducted. The discussed method applies ethanol, the major volatile component of an alcoholic product, as an internal standard. In this study 9 laboratories from 4 different countries were supplied with standard solutions for gas chromatographic measurements. Five aqueous ethanol 40% (v/v) standard solutions containing target compounds in concentrations ranging from 10 mg/L to 400 mg/L of absolute alcohol were prepared and sent to the participants for quantification of acetaldehyde, methyl acetate, ethyl acetate, methanol, 2-propanol, 1-propanol, 2-methyl-1-propanol, 1-butanol and 3-methyl-1-butanol. The interlaboratory study was evaluated according to the ISO 5725 standards and the Eurachem guide. The within-laboratory precision varied between 0.4% and 7.5% for all samples and compounds, showing a sufficiently high repeatability of the method. The between-laboratory precision was found to vary within a satisfactory range of 0.5% ÷ 10.0%. Precision of the method was well within the range predicted by the Horwitz equation for all analytes. The analysis of trueness showed that the bias of the method is insignificant at the significance level  $\alpha = 5\%$ . The determined concentrations of the analytes compared well to the gravimetric values thus showing very satisfactory accuracy of the method. The results of the interlaboratory study confirmed that “Ethanol as Internal Standard” method is robust and reliable and can be used as a standard reference method for analysing volatile compounds in water-ethanol samples. The possibilities of method validation according to the previously obtained experimental data were shown.

ПРОТОКОЛ

20.09.2018

г. Минск

совещания у заместителя Председателя  
Государственного комитета по науке и  
технологиям Республики Беларусь

Присутствовали: С.С.Щербаков, В.Г.Сафонов, Ю.А.Федотова, В.В.Егоров, С.М.Лещев,  
С.С.Ветохин, Н.И.Заяц, А.В.Толстоухова, М.В.Шабанов, В.Р.Мовпалов, Ю.И.Жданов,  
С.Н.Сытова, С.В.Черепица, Л.Н.Соболенько.

**Слушали:** выступление С.В.Черепицы «Метод прямого определения количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции. Производство стандартных образцов».

Докладчик обратил внимание на следующие преимущества предлагаемого метода:

1. Метод распространяется на все виды алкогольной и спиртосодержащей продукции.
2. Метод обеспечивает более низкую себестоимость анализа, более низкие трудозатраты и характеризуется более высокой точностью.
3. Предложенный метод не предусматривает использование каких-либо импортных стандартных образцов (СО).
4. В регулирующие документы по контролю качества и безопасности алкогольной и спиртосодержащей продукции метод может быть введен в качестве референсного.

В.Г.Сафонов обратил внимание на тот факт, что рассматриваемый метод разработан совместно учеными ведущих университетов нашей страны, результаты выполненных теоретических и экспериментальных исследований неоднократно были представлены для обсуждения профильной аудитории на ведущих международных конференциях, опубликованы в профильных ведущих научных изданиях. Замечаний относительно отсутствия научной новизны, эффективности и бесперспективности внедрения метода в повседневную практику нет. В связи с тем, что метод планируется применять для контроля качества и безопасности продуктов питания, необходимо получить со стороны Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь объективную оценку его эффективности, базирующуюся на результатах МЛИ. Внедрение в производство подобных инновационных научных разработок полностью соответствует действующей стратегии государства. Соответствующие испытания будут оплачены НИИ ЯП БГУ.

В обсуждении приняли участие: С.С.Щербаков, В.Г.Сафонов, М.В.Шабанов, Ю.В.Жданов, А.В.Толстоухова, С.В.Черепица.

По завершению работы совещания С.С.Щербаков поблагодарил участников за активную и плодотворную дискуссию, высказанные критические замечания и предложил утвердить следующее решение совещания.

**Постановили:** На основании заслушанного доклада и проведенного обсуждения, принимая во внимание высокую социальную значимость контроля качества и безопасности алкогольных продуктов питания, возможность использования предложенного метода в качестве референсного, рекомендовать провести межлабораторные испытания в соответствии с ТКП 8.006-2011 «Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Метрологическое подтверждение пригодности метрологических характеристик выполнения измерений. Правила проведения работ» с участием профильных испытательных лабораторий Министерства здравоохранения Республики Беларусь, концерна «Белгоспищепром» и Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь для определения показателей точности и эффективности метода. Рекомендуемый срок проведения МЛИ в течение 1-го квартала 2019 года.

Председатель



С.С.Щербаков

Секретарь

Ю.А.Федотова

Результаты межлабораторных с международным участием испытаний метода были представлены в виде устного доклада и опубликованы ([doi.org/10.1051/bioconf/20191502030](https://doi.org/10.1051/bioconf/20191502030)) в трудах 42-го Международного конгресса международной межправительственной организации виноделия и виноградарства (MOVB - OIV), 15-19 июля 2019 г., Женева, Швейцария ([www.OIV2019.ch](http://www.OIV2019.ch)).

Подготовлено предложение провести международные межлабораторные испытания под патронажем MOVB и ФАО/ВОЗ и получения рекомендации использовать метод для регулирующих целей в качестве референтного.

**Должна ли Республика Беларусь отказаться от того, чтобы контроль качества и безопасности сотен миллионов литров алкогольной и спиртосодержащей продукции, ежедневно производимой по всему миру, выполнялся по белорусскому методу ?**