

Захаров М.А., к.т.н., с.н.с., Лазарева И.В., к.т.н, н.с., Докучаева Ю.А., инж.
ВНИИПБиВП – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН
(Россия, Москва)

ПРАКТИКА ПРИМЕНЕНИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ В ИЦ ВНИИПБиВП ПРИ ИСПЫТАНИЯХ АЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ

Аннотация. Выявление фальсификата – основное звено в системе борьбы с присутствием фальсифицированных продуктов на продуктовом рынке. Испытательные центры (лаборатории) осуществляют испытания продукции в соответствии с областью аккредитации с использованием поверенных средств измерений (приборов) и зарегистрированных в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. На основе результатов испытаний оформляется соответствующий протокол. Напитки являются наиболее распространенными объектами фальсификации, чему способствует физико-химическое состояние объекта, стоимость и объемы производства. В Испытательном центре применяется двухэтапный алгоритм проведения испытаний – на первом этапе проводится органолептический анализ, а по его результатам – физико-химический анализ с использованием различных приборов. В соответствии с методиками измерений осуществляется специальная пробоподготовка объектов испытаний, после чего проба готова к измерению определенного параметра. Многообразие средств измерений (приборов) и специального оборудования позволяет Испытательному центру ВНИИПБиВП проводить испытания всей гаммы напитков – от пива до крепких напитков (коньяк, водка, виски и др.).

Ключевые слова: фальсификат, испытание, измерение, приборы, методы измерения.

M.A. Zakharov, Candidate of Technical Science, Senior Researcher, I.V. Lazareva, Candidate of Technical Science, Researcher, Yu.A. Dokuchaeva, Engineer
All-Russian Scientific Research Institute of the Brewing, Non-Alcoholic and Wine Industry -
Branch of the V.M. Gorbатов Federal Research Center of Food Systems of RAS, Moscow, Russia

APPLICATION PRACTICE OF ANALYTICAL DEVICES IN RESEARCH CENTER OF ALL-RUSSIAN SCIENTIFIC RESEARCH INSTITUTE OF THE BREWING, NON-ALCOHOLIC AND WINE INDUSTRY AT ALCOHOLIC DRINKS TEST

Annotation. Falsification identification - is the main link in the system to combat the presence of falsified products in the food market. Test centers (laboratories) carry out product tests in accordance with the field of accreditation with the use of trusted measuring instruments (devices) and registered in the Federal Information Fund for ensuring the uniformity of measurements. Based on the test results, an appropriate protocol is drawn up. Drinks are the most common objects of falsification, facilitated by the physico-chemical state of the facility, cost and production volumes. The testing center uses a two-stage testing algorithm - the organoleptic analysis is carried out at the first stage, and according to its results - a physical and chemical analysis using various devices. In accordance with measurement procedures, special sample preparation of test objects is carried out, after which the sample is ready to measure a certain parameter. The variety of measuring instruments (devices) and special equipment allows the Test Center of All-Russian Scientific Research Institute of the Brewing, Non-Alcoholic and Wine Industry to test the whole gamut of drinks - from beer to strong drinks (cognac, vodka, whiskey, etc.).

Key words: falsification, testing, measurement, devices, measurements.

Несмотря на многовековую борьбу с фальсификацией пищевых продуктов, их уровень на рынках пищевых продуктов, включая российский, остается весьма высоким [1,2]. Контроль качества напитков и выявление фальсификата – функционал Испытательного центра (ИЦ) [3-7]. Выявление фальсификата основывается на изучении упаковки [8-9], проведении органолептического анализа [10-12] и на результатах испытаний с использованием аналитических приборов [13-15], совокупность которых обеспечивает весь комплекс мероприятий по оценке качества и способствует выявлению фальсификата [6]. В отдельных случаях в процессе испытаний применяются специальные алгоритмы [16].

Алкогольные напитки являются наиболее распространенными объектами фальсификации [5,7], чему способствует физико-химическое состояние объекта (жидкость), стоимость и объемы производства. В Испытательном центре применяется двухэтапный алгоритм проведения испытаний – на первом этапе проводится органолептический анализ [11], а по его результатам – физико-химический анализ с использованием различных приборов. В соответствии с методиками измерений осуществляется специальная пробоподготовка объектов испытаний, после чего проба готова к проведению измерений.

В таблицах 1 и 2 приведены объекты испытаний, соответствующие стандарты и приборы и оборудование, которое применяется в процессе измерений.

Таблица 1 – Объекты и приборы, применяемые в процессе испытаний вин и крепких напитков

Продукция	ГОСТ	Показатель	ГОСТ на метод	Прибор, оборудование
Вино столовое	32030-2013	Определение лимонной кислоты	32113-2013	Весы лабораторные, рН-метр Five FE20, секундомер
Вина столовые, фруктовые, игристые, вина геогр. указ. дистилляты, коньяки, пиво	32030-2013 33806-2016 33336-2015 55242-2012 31728-2014 31732-2014 31711-2012	Определение токсичных элементов	30178-96 26929-94	Весы лабораторные, шкаф сушильный, электропечь, насос водоструйный, атомно-абсорбционный спектрофотометр ААС-3 с пламенным и электротермическим (ЕА-30) атомизаторами, анализатор ртути «Юлия-2М»
		Определение мышьяка	26930-86	Спектрофотометр СФ-2000
		Определение свинца, кадмия	26932-86 26933-86	ААС-3 с доп. оборудованием
		Определение летучих компонентов	33408-2015 33834-2016 57893-2017	Хроматограф газовый «Кристалл 5000.1» с ПИД детектором
		Определение фенольных и фурановых соединений	33407-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD

		Определение органических кислот	52841-2007	Система капиллярного электрофореза с диодноматричным детектором системы «Agilent G1602BA»
		Определение органических кислот	33410-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение синтетических красителей	33406-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение синтетических красителей	31765-2012	Система капиллярного электрофореза с диодноматричным детектором системы «Agilent G1602BA»
		Определение консервантов и подсластителей	32030-2013	Система капиллярного электрофореза с диодноматричным детектором системы «Agilent G1602BA»
		Определение глицерина и сахаров	33409-2015	Хроматограф жидкостной с рефрактометрическим детектором «Agilent Technologies 1200» RID
		Определение кофеина, консервантов и подсластителей	30059-93	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение свободных аминокислот	МИ Св. об ат. № 01.00225/205-48-12, ФР.1.31.2012.13 428	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение катионов и анионов	МИ Св. об ат. № 01.00225/61-10, ФР.1.31.2011.09 326 МИ Св. об ат. № 01.00225/60-10, ФР.1.31.2011.09 328	Система капиллярного электрофореза с диодноматричным детектором системы «Agilent G1602BA»

		Определение компонентов ароматизаторов	МВИ Св. об ат. № 33-10, ФР.1.31.2010.07 284	Хроматограф газовый «THERMO TRACE GC ULTRA» с масс-селективным детектором TRACE DSQ II
		Определение компонентов экзогенного глицерина	МИ Св. об ат. № 01.00225/205-23-15, ФР.1.31.2015.2.0077	Хроматограф газовый «THERMO TRACE GC ULTRA» с масс-селективным детектором TRACE DSQ II
		Определение объемной доли этилового спирта	32095-2013	Ареометр для спирта АСП-1
Коньяк Дистилляты	31728-2014 31732-2014	Определение железа, высших спиртов	13195-73 14138-2014	Спектрофотометр СФ-2000
Вино столовое, вина геогр. указ. коньяк	55242-2012 32030-2013 31732-2014	Определение летучих кислот	32001-2012	Перегонный аппарат, водоструйный насос
		Определение компонентов ароматизаторов	МВИ Св. об ат. № 33-10, ФР.1.31.2010.07 284	Хроматограф газовый «THERMO TRACE GC ULTRA» с масс-селективным детектором TRACE DSQ II
		Определение компонентов экзогенного глицерина	МИ Св. об ат. № 01.00225/205-23-15, ФР.1.31.2015.2.0077	Хроматограф газовый «THERMO TRACE GC ULTRA» с масс-селективным детектором TRACE DSQ II
Коньяк Дистилляты	31728-2014 31732-2014	Определение метилового спирта	13194-74	Спектрофотометр СФ-2000
Дистилляты	31728-2014	Определение фурфурола	14352-73	Спектрофотометр СФ-2000
Вина игристые	33336-2015	Определение двуокси углерода	12258-79	Афрометр Ш-4ВУЛ

Таблица 2 – Объекты и приборы, применяемые в процессе испытаний пива и пивных напитков

Продукция	ГОСТ	Показатель	ГОСТ на метод	Прибор, оборудование
Пиво, пивные напитки	31711-2012 55292-2012	Определение рН	31764-2012	рН-метр «рН-410»

		Определение двуокси углерода	32038-2012	манометр
		Определение летучих компонентов	57893-2017	Хроматограф газовый «Кристалл 5000.1» с ПИД детектором
		Определение синтетических красителей	33406-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение органических кислот	33410-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение глицерина и сахаров	33409-2015	Хроматограф жидкостной с рефрактометрическим детектором «Agilent Technologies 1200» RID
		Определение свободных аминокислот	МИ. Св. об ат. № 01.00225/205-48-12, ФР.1.31.2012.13 428	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение катионов и анионов	МИ Св. об ат. № 01.00225/61-10, ФР.1.31.2011.09 326 МИ Св. об ат. № 01.00225/60-10, ФР.1.31.2011.09 328	Система капиллярного электрофореза с диодноматричным детектором системы «Agilent G1602BA»
		Определение компонентов ароматизаторов	МВИ Св. об ат. № 33-10, ФР.1.31.2010.07 284	Хроматограф газовый «THERMO TRACE GC ULTRA» с масс-селективным детектором TRACE DSQ II
		Определение органических кислот	33410-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD

		Определение консервантов	33332-2015	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
		Определение кофеина, консервантов и подсластителей	30059-93	Хроматограф жидкостной с диодноматричным и детектором «Agilent Technologies 1200» DAD
Ячмень, солод	5060-86 29294-2014	Цвет, запах	5060-86 29294-2014	Мельница MAGEMA, весы
Ячмень, солод, хмель	5060-86 29294-2014 32912-2014	Влажность	5060-86 29294-2014 21948-76	Сушильный шкаф
Ячмень, солод	5060-86 29294-2014	Определение массовой доли экстракта	5060-86 29294-2014	Заторный аппарат АЗЛ-8М
Ячмень, солод	5060-86 29294-2014	Определение белка/азота	-	Анализатор определения белка/азота
Хмель	32912-2014	Кондуктометрический показатель горечи (КПГ)	32912-2014	Мельница MAGEMA, кондуктометр, мешалка магнитная,

Следует отметить, что номенклатура приборов и методик измерений, применяемых в Испытательном центре, непрерывно увеличивается из-за того, что технический уровень фальсификации совершенствуется. А это, в свою очередь, требует расширения идентификационных параметров напитков [17] и методов их регистрации. Например, в связи с применением в производстве коньяка дистиллята не виноградного происхождения, в практике Испытательного центра стали использовать изотопную масс-спектрометрию [13, 18], которая позволяет однозначно выявлять происхождение дистиллята. В качестве средства измерения применяется масс-спектрометр изотопный с анализатором элементного состава Delta V Advantage, а методической базой служат межгосударственный стандарт ГОСТ 32710-2014 «Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Идентификация. Метод определения отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ спиртов и сахаров в винах и сулах», а также «Методика измерений отношения изотопов кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компоненты алкогольной продукции методом изотопной масс-спектрометрии» (№ФР.1.31.2016.24603) и другие стандарты.

Список литературы

1. Хуршудян С.А. Фальсификация пищевых продуктов в России – история и современность / С.А.Хуршудян, Б.Ц.Зайчик // Пищевая промышленность. – 2009. - №8. – С. 22-24.
2. Хуршудян С.А. Фальсификация пищевых продуктов: научные, методические и нормативно-правовые основы противодействия // Пищевая промышленность. – 2008. - №9. – С. 56-58.
3. Хуршудян С.А., Орещенко А.В. Качество сырья и потребительские качества пищевого продукта // Пищевая промышленность. – 2013. - №6. – С. 40-41.

4. Хуршудян С.А. Качество пищевых продуктов. Термины, определения и противоречия / С.А. Хуршудян, А.Г. Галстян // Контроль качества продукции. – 2018. - № 1. – С. 48-49.
 5. Оганесянц Л.А. Фальсификация винодельческой продукции: методы выявления / Контроль качества продукции. – 2017. - №7.
 6. Оганесянц Л.А. Мониторинг качества пищевых продуктов – базовый элемент Стратегии / Л.А. Оганесянц, С.А. Хуршудян, А.Г. Галстян // Контроль качества продукции. – 2018. - № 4. – С. 56-59.
 7. Хуршудян С.А. Мониторинг качества винодельческой продукции / С.А. Хуршудян, А.Г. Галстян // Контроль качества продукции. – 2017. - № 8. – С. 12-13.
 8. Хуршудян С.А. Идентификация упаковки в определении контрафактных и фальсифицированных пищевых продуктов // Пищевая промышленность. – 2013. - №1. – С. 10-11.
 9. Хуршудян С.А. Идентификационные признаки упаковки в определении контрафактных и фальсифицированных пищевых продуктов // Тара и упаковка. – 2008. - №4. – С. 10-11.
 10. Хуршудян С.А. Роль органолептического анализа в идентификации пищевых продуктов / С.А.Хуршудян, Е.А.Смирнова // Пищевая промышленность. – 2008. - №12. – С. 38-39.
 11. Харламова Л.Н. Органолептический анализ и фальсификация вина / Л.Н.Харламова, С.А.Хуршудян // Индустрия напитков. – 2016. - №4. – С. 14-16.
 12. Харламова Л.Н. Роль органолептического анализа в идентификации фальсифицированных напитков / Л.Н.Харламова, С.А.Хуршудян, Е.А.Смирнова // Индустрия напитков. – 2016. - №2. – С. 46-48.
 13. Оганесянц Л.А. Изотопная масс-спектрометрия в определении качества вина / Л.А.Оганесянц, Е.И.Кузьмина, С.А.Хуршудян // Контроль качества продукции. – 2017. - №7. – С. 15-17.
 14. Садагов Ю.М. Атомно-абсорбционный анализ в системе обеспечения безопасности пищевых продуктов/ Ю.М.Садагов, С.А.Хуршудян// Пищевая промышленность. – 2001 - №6. – С. 72-73.
 15. Хуршудян С.А. Аналитические приборы. Методические и инструментальные особенности применения в пищевой промышленности // Пищевая промышленность. – 2002. - №1. – С. 60-62.
 16. Галстян А.Г. Контроль качества эмульсионных ликеров на молочной основе / А.Г.Галстян, С.А.Хуршудян // Контроль качества продукции. – 2017. №8. – С.14-16.
 17. Хуршудян С.А. Идентификационные признаки пищевых продуктов // Пищевая промышленность. – 2008. - №11. – С. 40-41.
 18. Кузьмина Е.И. Изотопная масс-спектрометрия в борьбе с фальсификацией вина. Часть 1. Основные направления применения метода / Е.И.Кузьмина, С.А.Хуршудян // Индустрия напитков. – 2016. - №5. – С. 22-24
-