

*С.И. Никитин, Т.Н. Ирхина, Е.П. Зяблова*  
**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ГАЗОЖИДКОСТНОЙ  
ХРОМАТОГРАФИИ В ЛАБОРАТОРНОЙ ПРАКТИКЕ ПРИ  
КОНТРОЛЕ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ**

*Филиал ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Воронежской области» в Лискинском, Бобровском, Каменском, Каширском, Острогожском районах*

**Резюме.** Статья посвящена проблеме подлинности и безопасности алкогольной продукции и методу газохроматографического анализа для обнаружения и количественного определения в ней токсичных примесей в лабораторной практике учреждений санитарно-эпидемиологического надзора на территории Лискинского, Бобровского, Каменского, Каширского и Острогожского районов Воронежской области.

**Ключевые слова:** алкогольная продукция, фальсификация, подлинность, токсичные примеси, сивушные масла, метод газожидкостной хроматографии.

**Актуальность.** Изменение экономических отношений в России отразилось на всех сторонах жизни общества. Проявилось это и на рынке напитков, в первую очередь алкогольной продукции. Изменился ассортимент, появились новые разновидности всевозможных алкогольных напитков. Появилось большое число фальсификатов. Прогнозы предполагают рост значимости проблемы зависимости от алкоголя и алкогольных отравлений, в том числе обусловленных их трудно контролируемой безопасностью и качеством. Алкогольная продукция является, к сожалению, компонентом пищевого рациона большого числа взрослых, трудоспособных людей. Среди продуктов питания они не имеют аналогов по губительным социальным и медицинским последствиям при «передозировке». Это остро ставит вопрос по обеспечению подлинности, качества и безопасности алкогольной продукции. Поэтому в последнее время большое внимание уделяется контролю фальсификации алкогольной продукции.

**Материал и методы исследования.** Отбор проб для анализа водки осуществляется по ГОСТ Р 52472-2005 «Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа», для анализа спирта – по ГОСТ Р 52473-2005 «Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа».

ГОСТ Р 51698-2000 «Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей» позволяет определять токсичные микропримеси газохроматографическим методом, основанном на разделении токсичных микропримесей за счет различного времени удерживания их на капиллярной колонке и последующей идентификации с помощью пламенно-ионизационного детектора и сравнении с компонентами, входящими в состав государственных стандартных образцов (ГСО). Данный метод применим и для определения микропримесей в окрашенных ликероводочных изделиях и изделиях с ароматическими добавками после дополнительной пробоподготовки алкогольной продукции.

К токсичным микропримесям в водке и спирте этиловом относятся: сивушные масла – 2-пропанол, 1-пропанол, 1-бутанол, изобутиловый спирт, изоамиловый спирт; сложные эфиры – метилацетат, этилацетат; уксусный альдегид; метиловый спирт.

В 2002 году был введен в действие ГОСТ Р 51786-2001 «Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности», предусматривающий определение 20 микропримесей спирта.

Результаты и их обсуждение: В филиале ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Воронежской области» в Лискинском, Бобровском, Каменском, Каширском, Острогожском районах для определения токсичных микропримесей в алкогольной продукции применяется газовый хроматограф «Кристаллюкс-4000М» (производитель ООО «НПФ «Мета-хром»), снабженный программно-аналитическим комплексом для обработки результатов «NetChrom». Программа предоставляет пользователю весь базовый набор операций по автоматизации хроматографического процесса, позволяющий проводить исследования проб алкогольной продукции на соответствие государственным стандартам по ГОСТ Р 51698-2000. Хроматограф современен, полностью автоматизирован, реализованы функции автоматического регулирования температуры термостатов, расходов газа-носителя и вспомогательных газов, автоматического поджига детекторов и контроля горения пламени в процессе работы, а также измерения сигналов детекторов с помощью 24-разрядного аналого-цифрового преобразователя. Имеется сертификат соответствия, свидетельство о внесении в государственный реестр измерений под № 24716-03 и свидетельство о государственной поверке прибора.

Для идентификации и количественного определения токсичных микропримесей применяются комплекты ГСО, содержащие уксусный альдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 1-пропанол, 2-пропанол, изобутиловый спирт, 1-бутанол, изоамиловый спирт.

Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций. Измерения выполняют не менее двух раз. Если сходимости между двумя анализами нет, то проводится третий анализ и определяется сходимость между вторым и третьим анализом, т.е. аномальный результат отбрасывается и т.д. до получения сходимости. После получения необходимого количества анализов и требуемой сходимости, проводится градуировка компонентов метода. Необходимо отметить, что для того, чтобы градуировка была правильной, все компоненты должны быть правильно идентифицированы. Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения «NetChrom». Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в две недели. Значения градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

Диапазон измеряемых объемных долей метилового спирта составляет от 0,0001 до 0,1%; массовых концентраций других токсичных микропримесей от 0,5 до 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

Перед проведением анализа проводится кондиционирование колонки при температуре термостата колонки 220оС до стабилизации нулевой линии. Готовится образец водки или спирта по методике.

В инжектор хроматографа микрошприцем вводится 1мм<sup>3</sup> образца водки/спирта или подготовленной методом отгонки пробы другой алкогольной продукции. Хроматографическое разделение смеси происходит при следующих условиях:

Температура детектора, С	250
Температура испарителя (инжектора), С	250
Начальная температура термостата, С	75
Выдержка, мин	5,5
Давление на капиллярной колонке 1, атм	1,3
Давление на капиллярной колонке 2, атм	0,8
Коэффициент деления потока	40:1
Газ-носитель	Азот
Расход воздуха, см <sup>3</sup> /мин	550
Расход водорода, см <sup>3</sup> /мин	60
Объем пробы, мм <sup>3</sup>	1

Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующие каждому веществу градуировочной смеси. Проводятся исследования двух параллельных образцов. Продолжительность одного анализа 20-25 минут.

Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящего в комплект хроматографа персонального компьютера. За результат измерения принимается среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать нормативов оперативного контроля сходимости  $d$ , воспроизводимости  $D$  и погрешности  $K$ .

Результаты измерений содержания микропримесей представляют в виде: концентрация плюс погрешность измерения.

В 2013г. на территории Лискинского, Бобровского, Каменского, Каширского, Острогожского районов проанализирована 31 проба алкогольной продукции (водки), из них 3 пробы водки не отвечали требованиям гигиенических нормативов по вкусовому альдегиду (ацетальдегиду); в 2014г. – 16 проб водки, проб, не отвечающих гигиеническим нормативам не выявлено.

**Выводы.** Экспресс-метод газохроматографического определения токсичных микропримесей в алкогольной продукции позволяет надежно определять ее подлинность и безопасность для потребителя.

Метод положительно использован при инспекционных надзорах, при аккредитации лабораторий и межлабораторных сравнительных испытаниях (МСИ).

Алкогольная продукция должна быть безопасна и не наносить вреда жизни и здоровью человека. Требования безопасности алкогольной продукции в части содержания токсичных микропримесей: альдегидов, сивушных масел, сложных эфиров, метилового спирта установлены в требованиях ГОСТ Р 51355-99 «Водки и водки особые. Общие технические условия», превышение которых является основанием для признания водки некачественной и подлежащей изъятию из торгового оборота.

Использование современного хроматографического оборудования и газохроматографического метода определения токсичных примесей в алкогольной продукции позволяет успешно проводить лабораторное обеспечение надзора за алкогольной продукцией на территории Лискинского, Бобровского, Каменского, Каширского и Острогожского районов.

**Литература.**

1. ГОСТ Р 51698-2000 «Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей»
2. ГОСТ Р 51786-2001 «Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности»
3. ГОСТ Р 51355-99 «Водки и водки особые. Общие технические условия»

**Abstract**

**S.I. Nikitin, T.N. Irkhina, E.P. Zyablova**

**USE THE GAS-LIQUID CHROMATOGRAPHIC METHODS IN THE LABORATORY UNDER THE CONTROL OF ALCOHOL PRODUCTS**

*Branch FBUZ "Center for Hygiene and Epidemiology in the Voronezh region" Liskinskoy, Bobrov, Kamensky, Kashira, Ostrogozhsk areas*

The article deals with the problem of identity and security of alcohol and gas chromatographic analysis method for the detection and quantification of toxic contaminants in the laboratory of sanitary-epidemiological surveillance in the territory Liskinskogo, Bobrovsky, Kamensky, the Kashira and Ostrogozhsk areas of the Voronezh region.

**Keywords:** alcohol, falsification, authenticity, toxic impurities, fusel oil, the method of gas-liquid chromatography.

**Сведения об авторах:** Никитин Сергей Иванович – главный врач филиала ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Воронежской области» в Лискинском, Бобровском, Каменском, Каширском, Острогожском районах, e-mail: ses @ box.vsi.ru

Ирхина Татьяна Николаевна – заведующий отделом лабораторного контроля ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Воронежской области» в Лискинском, Бобровском, Каменском, Каширском, Острогожском районах, e-mail: labliski@ yandex.ru

Зяблова Елена Петровна - химик-эксперт отдела лабораторного контроля филиала ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Воронежской области» в Лискинском, Бобровском, Каменском, Каширском, Острогожском районах, e-mail: labliski@ yandex.ru