

- ¹С. В. Черепица, кандидат физико-математических наук;
¹С. Н. Сытова, кандидат физико-математических наук;
¹А. Н. Коваленко; ^{1,2}Л. Н. Соболенко; ^{1,2}Е. Д. Шевченко;
²М. Ф. Заяц, кандидат физико-математических наук;
²В. В. Егоров, доктор химических наук, профессор;
²С. М. Лещёв, доктор химических наук, профессор;
²И. В. Мельситова, кандидат химических наук, доцент;
²Н. Н. Костюк, кандидат химических наук;
³С. С. Ветохин, кандидат физико-математических наук, доцент;
³Н. И. Заяц, кандидат технических наук, доцент

¹*Институт ядерных проблем Белорусского государственного университета,
г. Минск, Республика Беларусь*

²*Белорусский государственный университет, г. Минск, Республика Беларусь*

³*Белорусский государственный технологический университет,
г. Минск, Республика Беларусь*

РЕФЕРЕНТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ В АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

Аннотация. Разработан метод прямого определения количественного содержания летучих компонентов в алкогольной и этанолсодержащей продукции. Метод по сравнению с действующими техническими нормативными правовыми актами не требует применения импортных градуировочных растворов и стандартных образцов. Новизна метода и его положительный эффект подтверждены решением Евразийской патентной организации о выдаче евразийского патента № 036994 «Способ определения газохроматографическим методом концентрации летучих примесей в этанолсодержащей жидкости». Представлены результаты экспериментальных исследований метода определения количественного содержания летучих компонентов в широком спектре алкогольных и этанолсодержащих продуктов. Проведено сравнение результатов, полученных по предлагаемому методу, с результатами, полученными по традиционному методу внутреннего стандарта с использованием 2-пентанола. Выполнена апробация разработанного метода на таких спиртосодержащих продуктах, как спирт этиловый ректификованный, водка, джин, виски, бренди, бурбон, граппа, ракия, текила, кальвадос, ром, скотч, sake, вино и ликер. Данные эксперимента обработаны в соответствии с требованиями серии стандартов ИСО 5725 и руководством Еврохим. Высокая эффективность и широкая международная апробация метода с использованием этанола в качестве внутреннего стандарта могут служить основанием для инициирования в установленном порядке межлабораторных испытаний на базе профильных международных организаций, например Комиссии Кодекс Алиментариус (Codex Alimentarius Commission) и Международной межправительственной организации по виноградарству и виноделию (OIV) с целью его последующего признания в качестве референтного метода для контроля качества и безопасности алкогольной продукции на международном уровне.

Ключевые слова: алкогольная продукция, летучие компоненты, этанол, внутренний стандарт, летучие компоненты.

¹S. V. Charapitsa, Cand. Sc. (Phys.-Math.); ¹S. N. Sytova, Cand. Sc. (Phys.-Math.);
¹A. N. Kavalenka; ^{1,2}L. N. Sobolenko; ^{1,2}Y. D. Shauchenka, MF Zayats, Cand. Sc. (Chem.);
²V. V. Egorov, Dr. Sc. (Chem.), Full Professor;
²S. M. Leschev, Dr. Sc. (Chem.), Full Professor;
²I. V. Melsitova, Cand. Sc. (Chem.), Associate Professor;
²N. N. Kostyuk, Cand. Sc. (Chem.);
³S. S. Vetokhin, Cand. Sc. (Phys.-Math.), Associate Professor;
³N. I. Zayats, Cand. Sc. (Tech.), Associate Professor

¹*Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University, Minsk, Republic of Belarus*

²*Belarusian State University, Minsk, Republic of Belarus*

³*Belarusian State Technological University, Minsk, Republic of Belarus*

REFERENCE METHOD FOR THE QUANTITATIVE DETERMINATION OF VOLATILE COMPOUNDS IN ALCOHOLIC PRODUCTS

Abstract. The method for direct determination of the content of volatile components in alcoholic and ethanol-containing products has been developed. Unlike the current technical regulatory legal acts, the developed method does not require the use of imported calibration solutions and reference materials. The novelty of the method is confirmed by the decision of the Eurasian Patent Organization to issue a Eurasian patent № 036994 «Method for determining the concentration of volatile impurities in an ethanol-containing liquid by gas chromatographic method». The results of experimental studies of the developed method for determining the content of volatile compounds in a wide range of alcohol and ethanol-containing products are presented. The comparison of the results obtained for both developed and traditional (2-pentanol was used as internal standard) methods are carried out. The developed method was approbated for rectified ethyl alcohol, vodka, gin, whiskey, brandy, bourbon, grappa, rakia, tequila, calvados, rum, scotch, sake, wine and liquor. The experimental data were processed in accordance with the requirements of the ISO 5725 series of standards and the Eurachem manual. The high efficiency and wide international approbation of the method using ethanol as an internal standard can serve as the basis for the initiation of interlaboratory study on the basis of professional organizations, for example, the Codex Alimentarius Commission and the International Organization of Vine and Wine (OIV) with the aim of its subsequent recognition as a reference method for quality control and alcoholic products at the international level.

Keywords: alcoholic beverages, volatile components, ethanol, internal standard, volatile components.

Введение. В странах Таможенного союза Евразийского экономического союза (ТС ЕАЭС) в настоящее время действует несколько стандартов, предназначенных для определения массовых концентраций летучих компонентов в пищевой (алкогольной) и спиртосодержащей продукции с использованием газохроматографического (ГХ) метода анализа [2–5]. Наиболее распространенными анализируемыми веществами, содержащимися в алкогольной и спиртосодержащей продукции, являются следующие девять летучих компонентов: ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, изопропанол, 1-пропанол, изобутанол, 1-бутанол и изоамилол.

В подавляющем большинстве стран дальнего зарубежья, в том числе США, Евросоюзе, Китае, Индии, Турции, Индонезии, Бразилии, Мексике, для обеспечения контроля качества и безопасности алкогольной продукции указан

один метод определения количественного содержания летучих компонентов в алкогольной продукции [6], принятый в качестве международного на основе проведенных под эгидой Еврокомиссии межлабораторных с международным участием испытаний [7]. Метод реализуется на газовых хроматографах с пламенно-ионизационным детектором, оснащенных капиллярной колонкой с полярной фазой. Количественный расчет выполняется с применением метода внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта используют вещества, заведомо отсутствующие в алкогольной продукции, получаемой при ферментативном брожении.

Анализ алкогольной продукции является консервативной областью, поскольку его результаты тесно сопряжены не только с экономическими рисками для производителя, но и напрямую со здоровьем населения, потребляющего данный продукт питания. По этой причине метод, применяемый для анализа алкогольной продукции, должен обеспечивать высокую достоверность получаемых результатов, обладать высокой точностью, воспроизводимостью, быть экспрессным ввиду высокой загруженности предприятий-производителей и простым в применении. В работах [8–11] был предложен инновационный метод, удовлетворяющий перечисленным выше требованиям и основанный на применении этанола, содержащегося в алкогольных напитках, в качестве внутреннего стандарта при газохроматографическом анализе.

Предложенный метод по сравнению с традиционным методом внутреннего стандарта обладает следующими принципиальными преимуществами.

1. Отсутствие ручной процедуры количественного введения в испытуемый образец вещества внутреннего стандарта обеспечивает высокую достоверность определяемых величин концентраций летучих компонентов, уменьшает трудозатраты и упрощает процедуру выполнения анализа в целом.

2. Применение метода «Этанол в качестве внутреннего стандарта» впервые открывает возможность изготавливать контрольные образцы летучих компонентов в алкогольной продукции объемом менее 2 мл.

3. Высокая воспроизводимость коэффициентов отклика пламенно-ионизационного детектора современных газовых хроматографов на исследуемый летучий компонент относительно этанола позволяет существенно увеличить временной интервал между процедурами калибровки прибора, вплоть до одного года.

Экспериментальные исследования. Экспериментальные исследования проводились в два этапа. На первом этапе были установлены метрологические характеристики разработанного метода, а на втором – выполнены экспериментальные исследования спиртосодержащей продукции по разработанному и общепризнанному традиционному методу внутреннего стандарта с использованием 2-пентанола и проведена сравнительная оценка полученных результатов.

Для выполнения исследований показателей точности, правильности и неопределенности метода был проведен внутрилабораторный эксперимент. В качестве образцов для исследования использовались 7 приготовленных градуировочных растворов с концентрациями летучих компонентов в диапазоне 2–5000 мг/л безводного спирта (Absolute Alcohol – АА). При проведении внутрилабораторных исследований для каждого уровня ($g = 6$) в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время-оператор» в течение одного месяца тремя операторами было проанализировано $p = 15$ серий градуировочных растворов, каждая из которых включала в себя $n = 2$ повторных измерений, выполненных в условиях повторяемости. Общее количество измерений в условиях промежуточной прецизионности для всех отобранных массовых концентраций градуировочных растворов составило $np = 2 \times 15 = 30$ результатов измерений.

Для проведения сравнительной оценки разработанного и традиционного методов внутреннего стандарта были приготовлены градуировочные растворы и образцы 15 спиртосодержащих продуктов, приобретенных в коммерческих источниках (водка, джин, спирт этиловый ректификованный, виски, бренди, бурбон, граппа, ракия, текила, ром, скотч, кальвадос и sake) в соответствии с требованиями [6].

Полученные экспериментальные данные были обработаны в соответствии с требованиями серии стандартов СТБ ИСО 5725 [12] и руководством Еврахим [13].

Материалы и методы исследования. Метрологические характеристики метода были установлены в ходе экспериментальных исследований двух серий из 7 градуировочных растворов с концентрациями летучих компонентов в диапазоне 2–5000 мг/л АА.

Приготовление градуировочных растворов для установления метрологических характеристик разработанного метода. Для приготовления градуировочных растворов использовался водный раствор этилового спирта (ВЭС) с объемным содержанием этанола – $40 \pm 0,1$ %. Приготовление ВЭС осуществлялось путем смешения этилового ректификованного спирта из пищевого сырья и дистиллированной воды. Приготовленный ВЭС термостатировался при температуре 20 ± 1 °С в течение 30 мин. Объемную долю этилового спирта в ВЭС определяли по ГОСТ 3639 [14], плотность ВЭС определяли с помощью водно-спиртовых таблиц [15].

Для приготовления наиболее концентрированного градуировочного раствора «А» с концентрацией летучих компонентов порядка 5000 мг/л безводно спирта все индивидуальные летучие компоненты (ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, изобутанол, 1-бутанол, изоамилол) с содержанием основного вещества не менее 99,5 % вносились в ВЭС. Для приготовления градуировочных растворов «В», «С», «D», «1», «2», «3» с концентрациями 2,0; 10; 25; 200; 250; 500 мг/л АА соответственно градуиро-

вочный раствор «А» с концентрацией летучих компонентов 5000 мг/л АА разбавлялся необходимым количеством ВЭС.

Приготовление градуировочных растворов для сравнения результатов, получаемых по разработанному и традиционному методам. Приготовление градуировочных растворов для проведения второго этапа эксперимента выполнялось в соответствии с п. 5.14 [6]. В качестве внутреннего стандарта использовался 2-пентанол.

Пробоподготовка образцов алкогольной и спиртосодержащей продукции. Пробоподготовка образцов алкогольной и спиртосодержащей продукции осуществлялась в соответствии с п. 8 [6]. Уточнение значений объемной концентрации этанола в образцах проводилось в соответствии с приложением 1 [6].

Условия газохроматографического (ГХ) анализа. Измерения градуировочных растворов и образцов алкогольной и спиртосодержащей продукции проводили на газовом хроматографе Хроматэк-Кристалл 5000.1 с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм и толщиной пленки неподвижной полярной фазы 1,0 мкм. Режим анализа: изотерма при 75 °С в течение 9 мин, далее нагрев до 130 °С со скоростью 5 град/мин, далее изотерма до 180 °С со скоростью 10 град/мин, температура испарителя 190 °С, температура детектора 280 °С, газ-носитель азот особо чистый, режим контроля постоянного давления 26 кПа, сброс 1:12. Объем дозируемых проб составил 1,0 мкл.

Определение метрологических характеристик метода. *Градуировочная характеристика*, выражающая зависимость отношения площадей пиков i -го летучего компонента и этанола на хроматограмме от отношений концентраций (мг/л АА) i -го летучего компонента и этанола устанавливалась по градуировочному раствору «С». Выбранный градуировочный раствор измеряли газохроматографически не менее двух раз в условиях повторяемости. Расчет градуировочных коэффициентов выполняли по следующей формуле:

$$RRF_i^{Eth} = \frac{C^i(C)}{\rho_{Eth}} \cdot \frac{1}{M} \sum_{j=1}^M \left(A_j^{Eth}(C) / A_j^i(C) \right), \quad (1)$$

где RRF_i^{Eth} – относительный фактор отклика (градуировочная характеристика) i -го летучего компонента к этанолу; $C^i(C)$ – концентрация i -го летучего компонента в градуировочном растворе «С», мг/л АА; ρ_{Eth} – плотность безводного этанола, $\rho_{Eth} = 789300$ мг/л; $A_j^i(C)$ – величина отклика детектора на i -й летучий компонент, полученная в результате j -го измерения градуировочного раствора «С», единицы площади пика; $A_j^{Eth}(C)$ – величина отклика детектора на этанол, полученные в результате j -го измерения градуировочного раствора

«С», единицы площади пика; M – количество измерений градуировочного раствора ($M = 2$).

Концентрация i -го летучего компонента в градуировочных растворах в размерности мг/л АА рассчитывалась по формуле

$$C^i(k) = RRF_i^{Eth} \cdot \rho_{Eth} \cdot \frac{1}{M} \sum_{j=1}^M \left(A_j^i(k) / A_j^{Eth}(k) \right), \quad (2)$$

где $A_j^i(k)$ – величина отклика детектора на i -й летучий компонент, полученная в результате j -го измерения k -го градуировочного раствора, единицы площади пика; $A_j^{Eth}(k)$ – величина отклика детектора на этанол, полученная в результате j -го измерения k -го градуировочного раствора, единицы площади пика.

Линейность отклика детектора оценивалась с использованием программного обеспечения MS Excel 2016.

Повторяемость определялась в соответствии с п. 7 СТБ ИСО 5725-2 [12].

Промежуточная прецизионность оценивалась в соответствии с п. 7 СТБ ИСО 5725-2 [32], п. 7 СТБ ИСО 5725-3 [33] и Приложением С [12].

Правильность устанавливалась в соответствии с п. 5 СТБ ИСО 5725-4 [12].

Предел обнаружения LOD и предел количественного определения LOQ рассчитывались в соответствии на основе данных измерений градуировочного раствора «3» в соответствии с п. 6.2 Еврахима [13].

Неопределенность оценивалась в соответствии с [13, 16–17].

Сравнение традиционного и разработанного методов. Градуировочная характеристика по традиционному методу внутреннего стандарта устанавливалась в соответствии с п. 9.1 [6].

Концентрация i -го летучего компонента в алкогольных и спиртосодержащих продуктах в мг/мг образца по традиционному методу внутреннего стандарта устанавливалась в соответствии с п. 9.1.2 [6]. Пересчет значений массовой концентрации летучих компонентов из размерности мг/мг образца в мг/л АА осуществлялся в соответствии с п. 9.2 [6].

Концентрация i -го летучего компонента в алкогольных и спиртосодержащих продуктах в размерности мг/л АА по разработанному методу внутреннего стандарта рассчитывалась по формуле (2).

Относительная разность результатов, полученных по традиционному методу внутреннего стандарта и разработанному методу $\Delta^i(k)$, рассчитывалась по формуле

$$\Delta^i(k) = \frac{\bar{C}_{Eth}^i(k) - \bar{C}_{Trad}^i(k)}{\bar{C}_{Trad}^i(k)} \cdot 100 \%, \quad (3)$$

где $\bar{C}_{Eth}^i(k)$ и $\bar{C}_{Trad}^i(k)$ – средние значения концентраций i -го компонента, полученные по традиционному и разработанному методам, мг/л АА.

Результаты и их обсуждение. Результаты, полученные в результате экспериментальных исследований метрологических характеристик метода (диапазоны измерений массовой концентрации; s_r – относительное стандартное отклонение повторяемости; $s_{I(ТО)}$ – относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(ТО)}$; U – относительная расширенная неопределенность при $P = 0,95$, $k = 2$, LOD и LOQ), приведены в табл. 1. Смещение метода является незначимым при уровне значимости $\alpha = 0,05$.

Результаты, полученные при сравнении разработанного и традиционного методов в ходе испытаний алкогольных и спиртосодержащих продуктов, приведены в табл. 2.

Таблица 1. Результаты оценки метрологических характеристик метода

Летучий компонент	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/л безводного спирта	Относительное стандартное отклонение повторяемости, s_r , %	Относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности, $s_{I(ТО)}$, %	Относительная расширенная неопределенность, U % при $P = 0,95$, $k = 2$	LOD/LOQ , мг/л безводного спирта
Ацетальдегид	От 5,20 до 13,4 включ.	3,4	3,4	7,6	0,042 /
	От 13,4 до 4968 включ.	2,2	2,2	4,7	0,140
Метилацетат	От 2,1 до 10,5 включ.	5,1	5,1	10,3	0,016 /
	От 10,5 до 5071 включ.	2,3	2,3	4,7	0,053
Этилацетат	От 2,10 до 10,4 включ.	5,0	5,0	10,2	0,016 /
	От 10,4 до 5049 включ.	2,3	2,3	4,7	0,054
Метанол	От 16,30 до 24,7 включ.	1,9	1,9	5,7	0,120 /
	От 24,7 до 5073 включ.	1,5	1,6	4,2	0,399
2-пропанол	От 4,20 до 12,5 включ.	3,5	3,5	7,5	0,043 /
	От 12,5 до 5068 включ.	2,0	2,1	4,6	0,144
1-пропанол	От 2,10 до 10,6 включ.	5,1	5,1	10,4	0,017 /
	От 10,6 до 5162 включ.	2,3	2,3	4,8	0,058
Изобутанол	От 2,10 до 10,5 включ.	4,7	4,7	9,6	0,023 /
	От 10,5 до 5058 включ.	2,1	2,1	4,5	0,077
1-бутанол	От 2,10 до 10,5 включ.	4,7	4,7	9,7	0,012 /
	От 10,5 до 5063 включ.	2,1	2,1	4,4	0,041
Изоамилол	От 2,10 до 10,7 включ.	4,7	4,7	9,5	0,018 /
	От 10,7 до 5203 включ.	2,1	2,1	4,5	0,059

Относительная разность между результатами, полученными для традиционного [6] и разработанного методов, не превысила 2 % относительных.

Таблица 2. Результаты сравнения разработанного и традиционного методов [6]

Спиртосодержащий продукт														Относительное различие между измеренными концентрациями, Δ(%)		
														Виски Grants	Бренди «Courvoisier»	Ром «Carrigan Morgan Whisky»
Компонент																
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	-			
Данные производителя	43	40	40	47	40	40	38	40	14,5	40	40	40	96,2			
Установленное значение в соответствии с [6]	43,1	40,0	40,2	46,9	40,1	40,0	37,9	40,2	14,4	40,1	40,2	40,1	96,2			

Выводы. Результаты установления метрологических характеристик разработанного метода показали, что максимальная относительная неопределенность в нижнем диапазоне измеряемых массовых концентраций летучих компонентов не превышает 11 %. Максимальная относительная неопределенность в верхнем диапазоне измеряемых массовых концентраций летучих компонентов не превышает 5 %.

Анализ результатов выполненных экспериментальных исследований 13 спиртосодержащих продуктов, включая водку, джин, спирт этиловый ректификованный, виски, бренди, бурбон, граппу, раки, текилу, ром, скотч, кальвадос, саке, вино и ликер, подтвердили, что разработанный метод для анализа матриц водки, джина, спирта этилового ректификованного, виски, бренди, бурбона, граппы, ракии, текилы, рома, скотча, кальвадоса и саке не уступает по своим параметрам традиционному методу анализа [6].

Необходимо отметить, что ранее результаты межлабораторных с международным участием испытаний метода были представлены в виде устного доклада и опубликованы в трудах 42-го Международного конгресса Международной межправительственной организации виноделия и виноградарства (МОВВ – OIV) [10]. Замечаний относительно отсутствия научной новизны, эффективности и перспективности внедрения метода в повседневную практику нет. В соответствии с внутренними правилами МОВВ для инициирования проведения международных межлабораторных испытаний с целью признания метода в качестве международного регламента для регулирующих целей необходимо официальное обращение в МОВВ от страны-участницы этой организации.

С целью ускорения процесса внедрения метода в практику испытательных и производственных лабораторий предприятий по производству алкогольной продукции разработаны и размещены в свободном доступе в Интернете автоматизированные формы обработки измерений и подготовки итоговых отчетов (URL: <http://www.inP.bsu.by/structure/lai/method>).

Список использованных источников

1. Способ определения газохроматографическим методом концентрации летучих примесей в этанолсодержащей жидкости : пат. ЕА № 036994 / С. В. Черепица, С. Н. Сытова, В. В. Егоров, С. С. Ветохин, Н. И. Заяц, А. Л. Корбан, Л. Н. Соболенко ; дата публ.: 22.01.2021.
2. Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей : СТБ ГОСТ Р 51698–2001. – Введ. 01.11.2002. – Минск : Госстандарт : Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2006. – 21 с.
3. Коньяки, дистилляты коньячные, бренди. Определение содержания альдегидов, эфиров и спиртов методом газовой хроматографии : ГОСТ 33408–2015. – Введ. 01.08.2016. – М. : Стандартинформ, 2016. – 20 с.
4. Напитки спиртные. Газохроматографический метод определения объемной доли метилового спирта : ГОСТ 33833–2016. – Введ. 01.01.2018. – М. : Стандартинформ, 2016. – 16 с.
5. Продукция винодельческая и сырье для ее производства. Газохроматографический метод определения массовой концентрации летучих компонентов : ГОСТ 33834–2016. – Введ. 01.04.2018. – М. : Стандартинформ, 2016. – 16 с.

6. Determination of the principal volatile substances of spirit drinks of viti-vinicultural origin [Electronic resource] : OIV-MA-BS-14: R2009. – International Organization of Vine and Wine (OIV). Compendium of international methods of analysis of spirituous beverages of viti-vinicultural origin, 2004. – 21 p. – Mode of access: <http://www.oiv.int/public/medias/2674/oiv-ma-bs-14.pdf>. – Date of access: 13.04.2020.
7. Gas Chromatographic Determination of Volatile Congeners in Spirit Drinks: Interlaboratory Study / J. Kelly [et al.] // J. AOAC Int. – 1998. – Vol. 82. – P. 1375–1388.
8. 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](https://doi.org/10.1021/jf3044956).
9. 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](https://doi.org/10.5740/jaoacint.18-0258).
10. 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](https://doi.org/10.1051/bioconf/20191502030).
11. 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](https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107528).
12. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений : в 6 ч. : СТБ ИСО 5725–2002. – Введ. 01.07.2003. – Минск : Госстандарт : Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2003.
13. Руководство ЕВРАХИМ «Пригодность аналитических методов для конкретного применения. Руководство для лабораторий по валидации методов и смежным вопросам» ; пер. с англ. ; под ред. Б. Магнуссона, У. Эрнемарка. – 2-е изд. – Киев : ООО «Юрка Любченка», 2016. – 90 с.
14. Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта : ГОСТ 3639–79. – Введ. 01.01.1982. – М. : Изд-во стандартов, 1994. – 16 с.
15. Таблицы для определения объема и содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах. – М. : ИПК Изд-во стандартов, 1999.
16. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях / пер. Р. Л. Кадиса, Г. Р. Нежиховского, В. Б. Симины ; под ред. Л. А. Конопелько. – СПб. : ГП ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 2002. – 149 с.
17. Технический отчет № 1/2007. Пересмотр неопределенности измерения: альтернативные подходы по оцениванию неопределенности (на англ. языке). – 33 EUROLAB, 2007. – 62 с.